# Verbesserung der Nullellipsometrie bei festem Analysatorwinkel für das KATRIN-Experiment

Benjamin Grees

Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät der Westfälischen Wilhelms-Universität Münster

9. Januar 2013

# Inhaltsverzeichnis

1	Einl	eitung	9
	1.1	Beginn der Neutrinophysik	10
	1.2	Die experimentelle Suche nach den Neutrinos	10
	1.3	Quellen für Neutrinos	13
	1.4	Neutrinooszillation	14
	1.5	Direkte und indirekte Neutrinomassenbestimmung	19
2	Das	KATRIN-Experiment	21
	2.1	Der Tritium- $\beta^-$ -Zerfall	22
		2.1.1 Bestimmung der Neutrinomasse aus dem $\beta$ -Spektrum	22
	2.2	Aufbau des KATRIN-Experiments	24
		2.2.1 Die fensterlose gasförmige Tritiumquelle	25
		2.2.2 Das Transportsystem	25
		2.2.3 Prinzip des MAC-E-Filters	26
		2.2.4 Das Vor- und Hauptspektrometer	30
		2.2.5 Der Detektor	32
	2.3	Die kondensierte Kryptonquelle	32
		2.3.1 Konversionselektronen von $^{83m}$ Kr	33
		2.3.2 Aufbau im IKP Münster	35
		2.3.3 Aufbau an der CPS	37
3	The	oretische Grundlagen der Ellipsometrie	43
	3.1	Polarisation von Licht	45
	3.2	Licht an Grenzflächen	47
		3.2.1 Jones-Vektoren und Jones-Matrix	48
	3.3	Schichtdickenbestimmung mit Reflexionsellipsometrie	49
	3.4	PCSA-Ellipsometrie	53
		3.4.1 Ellipsometrie mit festem Analysator und rotierendem Kompensator	55
4	Ехр	erimenteller Aufbau der Ellipsometrie	57
	4.1	Der Ellipsometrieaufbau	58
		4.1.1 Das HOPG-Substrat	59
	4.2	Der Ablationsaufbau	60

	4.3	Analyse Software	62
		4.3.1 LabVIEW-Programm zur interativen Minima-Suche	62
		4.3.2 Scan-Methode	64
		4.3.3 Fitten der Datenpunkte	67
5	Null	lellipsometrie von stabilem Kr bei festem Analysator	69
	5.1	Ausgangssituation	70
	5.2	Bestimmung der theoretischen Startwerte	71
	5.3	Verkippung der optischen Komponenten	73
		5.3.1 Einfallswinkel	73
		5.3.2 Polarisator und Kompensator	76
		5.3.3 Substrat und Kaltkopf	77
		5.3.4 Analysator	83
	5.4	Einflüsse von Restgas	85
	5.5	Reinigung des Substrats	88
	5.6	Ergebnisse	91
6	Zus	ammenfassung und Ausblick	97
7	Anh	nang	101

	ass ich die Arbeit selbstä und Hilfsmittel benutzt,		
Ort, Datum	Unterschrift		
	Prof. Dr. Ch. Weinheime Prof. Dr. A. Khoukaz	er	

# Gliederung der Arbeit

- Kapitel 1 beinhaltet eine Einführung in die Neutrinophysik. Es wird die historische Entwicklung der Entdeckung des Neutrinos anhand von Experimenten gezeigt.
- Kapitel 2 widmet sich dem KATRIN-Experiment. Es wird die Bedeutung des β<sup>-</sup>Spektrums erläutert sowie die Funktionsweise eines MAC-E-Filters. Zudem werden
  die einzelnen Sektionen des KATRIN-Experiments erklärt. Insbesondere wird auf
  die kondensierte <sup>83m</sup>Kr-Konversionselektronenquelle eingegangen, an der die Messungen in dieser Arbeit vorgenommen wurden.
- In **Kapitel 3** wird die theoretische Beschreibung der Ellipsometrie, mit der die Messungen in dieser Arbeit durchgeführt wurden, erläutert. Im Einzelnen wird erklärt, wie durch die Veränderung der Polarisationen die optischen Parameter des Systems bestimmt werden können.
- Kapitel 4 erläutert die für die Messungen verwendeten Aufbauten und Computerprogramme. Der Aufbau wird detailliert in Anordnung und Funktion beschrieben. Des Weiteren wird die Datenaufnahme erklärt und der Fitalgorithmus erläutert.
- Kapitel 5 zeigt den Weg von der Ausgangssituation zum Abschluss der Testmessungen mit der Ellipsometrie. Es werden verschiedene Fehlerquellen diskutiert und deren Auswirkung auf die Messungen aufgezeigt. Weitergehend werden auch die Startwinkel und der damit verknüpfte Brechungsindex des Substrats untersucht.
- Kapitel 6 enthält eine Zusammenfassung über diese Arbeit und einen Ausblick in die weitere Entwicklung der Ellipsometrie.

# 1 Einleitung

# 1.1 Beginn der Neutrinophysik

Der Beginn der Neutrinophysik war sehr stark mit der Entdeckung der Radioaktivität verbunden. Bei der Untersuchung der Struktur von Atomkernen wurden drei verschiedene Strahlungsarten, die mit  $\alpha, \beta$  und  $\gamma$  bezeichnet wurden, entdeckt. Die  $\alpha$ -Strahlung wurde mit Heliumkernen identifiziert, die  $\beta$ -Strahlung als Strom von Elektronen und die  $\gamma$ -Strahlung als hoch-energetische elektromagnetische Strahlung von einigen MeV. Dabei wurde weiterhin festgestellt, dass das  $\beta$ -Spektrum im Gegensatz zu dem  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Spektrum kontinuierlich ist [Cha14]. Zu diesem Zeitpunkt nahm man an, dass es sich bei dem  $\beta$ -Zerfall um ein Zwei-Körper-Problem handelt und somit die Erhaltungssätze für Energie und Drehimpuls verletzt würden. Dieses Problem konnte erst im Jahre 1930 durch die Postulierung eines elektrisch neutralen Spin 1/2-Teilchen von W. Pauli, welches er "Neutron" nannte, gelöst werden [Pau30]. Dieses Teilchen sollte bei dem  $\beta$ -Zerfall zusammen mit dem Elektron entstehen, so dass es sich um ein 3-Körper-Zerfall handelt. Dadurch ließ sich das kontinuierliche Spektrum des  $\beta$ -Zerfalls erklären. Das postulierte Teilchen sollte eine Masse in der Größenordnung des Elektrons besitzen und praktisch nicht wechselwirken. Chadwick entdeckte 1932 ein neutrales Nukleon, welches jedoch im Vergleich zum Elektron eine viel zu große Masse besaß und somit nicht das von Pauli postulierte Teilchen sein konnte. Das von Chadwick gefundene Teilchen kennen wir heute unter dem Namen Neutron [Cha32]. 1934 gelang es E. Fermi zum ersten Mal, den  $\beta$ -Zerfall unter der Berücksichtigung des Neutrinos zu beschreiben [Fer34]. Der Zerfallsprozess wurde dabei als Strom-Strom-Wechselwirkung beschrieben. Nach dieser Theorie ist das Neutrino dabei masselos und die Zerfallsprodukte Neutrino und Elektron entstehen erst bei der Emission. Mit dieser Theorie konnte die Lebensdauer der  $\beta$ -instabilen Kerne sowie die Form des  $\beta$ -Spektrums erfolgreich beschrieben werden. Bis auf kleine Zusätze im Niederenergielimit der schwachen Wechselwirkung ist diese Theorie bis heute gültig [Zub04].

# 1.2 Die experimentelle Suche nach den Neutrinos

25 Jahre nachdem W. Pauli das Neutrino postuliert hatte, gelang es F. Reines und C.L. Cowan durch die Untersuchung des inversen  $\beta$ -Zerfalls das Neutrino experimentell nachzuweisen.

$$p + \bar{\nu}_e \to n + e^+ \tag{1.1}$$

Als Quelle für die Neutrinos nutzten sie den Kernreaktor "Savannah River" in South Carolina, USA. Die Spaltprodukte des Reaktors sind wegen des Neutronenüberschusses  $\beta^-$ -Strahler und liefern somit Elektron-Antineutrinos mit einer Energie von einigen MeV. Als Detektor wurde ein mit Kadmium-Chlorid (CdCl<sub>2</sub>) in wässriger Lösung gefüllter Behälter, der zwischen zwei Flüssigszintillatoren stand, in denen Photomultipliern installiert waren, genutzt (vgl. Abbildung 1.1).

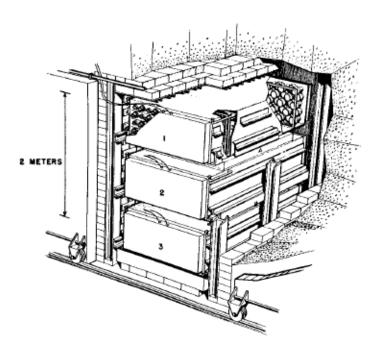


Abbildung 1.1: Abbildung des Aufbaus, der von F. Reines und C.L. Cowan benutzt wurde. Die Tanks, die mit 1, 2 und 3 markiert sind, beinhalten 1400  $\ell$  von flüssiger Szintillatorlösung und schließen an jedem Ende mit 55 Photomultipliern ab. Die dünnen Tanks, die mit A und B markiert sind, beinhalten 200  $\ell$  Wasser, welches als Protontarget dient, sowie 40 kg gelöstes CdCl<sub>2</sub>, um die Neutronen einzufangen. Abbildung aus [Rei96].

Der Nachweis der Neutrinos erfolgte über die Reaktion des Neutrinos mit den Protonen in der wässrigen Lösung. Die dabei entstehenden Positronen kommen schnell zur Ruhe und annihilieren mit einem Elektron unter der Aussendung von zwei 511 keV Photonen.

$$e^+ + e^- \to \gamma + \gamma \tag{1.2}$$

Diese Photonen werden als promptes Signal in den Szintillationszählern nachgewiesen. Die bei der Reaktion entstehenden Neutronen werden durch Stöße abgebremst und schließlich von einem Cd-Kern eingefangen ( $^{113}$ Cd( $n, \gamma$ ) $^{114}$ Cd). Durch den Neutroneneinfang ist der Cd-Kern angeregt und reagiert sich durch Aussendung eines  $\gamma$ -Quantes ab, welcher auch in dem Szintillationsdetektor als langsames Signal detektiert wird. Durch die Zeit, die zwischen beiden Signalen vergeht, kann der inverse  $\beta$ -Zerfall eindeutig nachgewiesen werden. Der von F. Reines und C.L. Cowan bestimmte Wirkungsquerschnitt für diese Reaktion beträgt

$$\sigma = (1, 1 \pm 0, 3) \cdot 10^{-43} \text{cm}^2, \tag{1.3}$$

Familie	1	2	3	Ladung
Leptonen	$\begin{pmatrix} \mathbf{v}_e \\ e^- \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \mathbf{v}_{\mu} \\ \mathbf{\mu}^{-} \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \mathbf{v}_{\tau} \\ \mathbf{\tau}^{-} \end{pmatrix}$	$\frac{0}{e^-}$
Quarks	$\begin{pmatrix} u \\ d \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} c \\ s \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} t \\ b \end{pmatrix}$	+2/3 e -1/3 e

Abbildung 1.2: **Standardmodell der Teilchenphysik**. Eingetragen sind die Leptonen und Quarks in ihren drei Generationen. Zusätzlich sind die Ladungen angegeben. Die Wechselwirkungsteilchen sind nicht eingezeichnet.

was sich mit der theoretischen Beschreibung von E. Fermi deckt. 1962 wurde in Brookhaven am AGS-Beschleuniger das Myonneutrino durch die Untersuchung des Pionzerfalls

$$\pi^{\pm} \to \mu^{\pm} + \nu_{\mu}/\bar{\nu}_{\mu} \tag{1.4}$$

nachgewiesen.

Die somit bis 1962 bekannten Neutrinos passten sich gut in das zu dieser Zeit etablierte Standardmodell der Elementarteilchen ein. Das Tauonneutrino wurde erst 2000 durch das DONUT-Experiment am Fermilab entdeckt [Don08].

Das Standardmodell ist in 12 fundamentale Fermionen unterteilt, welche wiederum in Leptonen und Quarks aufgeteilt werden, sowie ihren entsprechenden Antiteilchen. Die Fermionen werden durch Austauschteilchen und Wechselwirkungsteilchen zum vollständigen Standardmodell der Elementarteilchen ergänzt. Die Elementarteilchen werden in drei Familien (Generationen) unterteilt. Diese Unterteilung erfolgt nach ihrer Masse. Die Quarks kommen in 6 Arten (flavour) vor und sind in drei Farbzustände (colours) unterteilt. Quarks liegen in zwei verschiedenen Ladungszuständen  $\pm \frac{1}{3}$  und  $\pm \frac{2}{3}$  vor. Die Leptonen werden in drei Dubletts  $(e, \nu_e)$ ,  $(\mu, \nu_{\mu})$  und  $(\tau, \nu_{\tau})$  unterschieden. Die Neutrinos sind elektrisch neutral und die übrigen geladenen Leptonen tragen eine Elementarladung von  $\pm e$  (vgl. Abbildung 1.2).

Neutrinos werden im Standardmodell als ungeladene Teilchen ohne elektrisches und magnetisches Dipolmoment beschrieben und nehmen daher nur an der schwachen Wechselwirkung teil. Da den Fermionen in diesem Modell durch die "Yukawa"-Kopplung zwischen links- und rechtshändigen Spinorkomponenten eine Masse zugeordnet wird und Neutrinos durch die maximale Paritätsverletzung der schwachen Wechselwirkung keine rechtshändige Spinorkomponente bzw. für Antineutrinos keine linkshändige Spinorkomponente besitzen, ist im Standardmodell keine Massengeneration analog zu derjenigen der Fermionen vorhanden, so dass sie als masselos angenommen werden müssen. Massive Neutrinos müssen somit mit Modellen außerhalb des Standardmodells beschrieben werden.

# 1.3 Quellen für Neutrinos

Neutrinoquellen lassen sich in künstliche und natürliche Quellen unterteilen. Natürliche Neutrinoquellen geben Rückschlüsse auf die Entstehung von Neutrinos. An künstliche Quellen werden die Anforderungen gestellt, dass sie einen möglichst intensiven und teilweise gerichteten Neutrinofluss haben. Mit ihnen können Neutrinoreaktionen sowie die Eigenschaften von Neutrinos untersucht werden.

Natürliche Neutrinoquellen sind:

#### • atmosphärische Neutrinos

Wenn ein kosmisches Teilchen mit einem Kern eines Teilchens, meist Stickstoff oder Sauerstoff, aus der obersten Luftschicht wechselwirkt, entstehen sogenannte "Luftschauer". Diese bestehen fast ausschließlich aus geladenen Pionen  $\pi^{\pm}$  und Kaonen  $K^{\pm}$ . Wenn diese Teichen eine zu geringe Energie besitzen, um weitere Teilchen zu erzeugen, zerfallen sie zu Myonen  $\mu^{\pm}$  und Elektronen bzw. Positronen  $e^{\pm}$ .

$$p + N \to \pi^{\pm}, K^{\pm} \to \mu^{\pm} + \nu_{\mu}/\bar{\nu}_{\mu}$$
  
 $\mu^{\pm} \to e^{\pm} + \nu_{e}/\bar{\nu}_{e} + \bar{\nu}_{\mu}/\nu_{\mu}$  (1.5)

Bei dieser Reaktion entstehen Myonneutrinos und Elektronneutrinos im Verhältnis 2:1 mit einer Energie von einigen MeV bis zu 10<sup>6</sup> GeV.

#### • solare Neutrinos

Die solaren Neutrinos entstehen bei der Fusion von Wasserstoff zu Helium in der Sonne. Die Summenreaktion der pp-Fusionskette lautet [Sch97]:

$$4p \to \text{He}^4 + 2e^+ + 2\nu_e$$
 (1.6)

Bei der Fusion in der Sonne entstehen nur Elektronneutrinos. Diese können die Sonne ungehindert verlassen, da sie einen sehr geringen Wirkungsquerschnitt haben. Da die Wegstrecke zwischen der Erde und der Sonne relativ lang ist ( $\approx 1, 5 \cdot 10^8$  km) und die Neutrinos eine niedrige Energie besitzen ( $E_{\nu} \approx 0, 3$  MeV), kann an ihnen die Neutrinoozillation im Vakuum beobachtet werden (vgl. Kapitel 1.4).

#### • kosmische Neutrinos

Als kosmische Neutrinos werden Neutrinos bezeichnet, die auf die Erde treffen aber weder aus der Sonne stammen noch durch Kollision in der Atmosphäre entstanden sind. Diese Neutrinos stammen entweder aus Kollisionen von Teilchen außerhalb unserer Atmosphäre, welche dann die gleichen Eigenschaften wie die atmosphärischen Neutrinos besitzen mit der Ausnahme, dass diese Teilchen eine höhere Energie besitzen. Eine weitere Quelle für kosmische Neutrinos sind Supernovaexplosionen des Typ IIa, welche durch den Gavitationskollaps eines massereichen

Sterns entstehen. Bei so einer Supernovaexplosion werden jegliche Arten von Teilchen in das Weltall geschleudert. Eine andere Quelle für kosmische Neutrinos ist der Urknall. Da Neutrinos fast nicht mit Materie wechselwirken, existieren noch Neutrinos, die ihren Ursprung im Urknall haben, als sogenannter Neutrinohintergrund. Auf die kosmologischen Neutrinos soll hier nicht weiter eingegangen werden.

#### 1.4 Neutrinooszillation

Um die Neutrinooszillation erklären zu können, sind folgenden zwei Bedingungen notwendig.

#### 1. Mischen der Neutrinos

Die Flavourzustände  $|\nu_{\alpha}\rangle$  mit  $\alpha=e,\mu,\tau$  sind verschieden von den Massen-Eigenzuständen  $|\nu_{i}\rangle$  mit i=1,2,3 und den dazugehörigen Eigenwerten  $m_{i}$  mit i=1,2,3 des Masseoperators M. Sie können aber mithilfe einer unitäten Mischungsmatrix U als Superposition der Flavour-Eigenzustände beschrieben werden [Sch97]. Somit gilt folgende Beziehung

$$|\nu_{\alpha}\rangle = \sum_{i} U_{\alpha i} |\nu_{i}\rangle \tag{1.7}$$

$$|\nu_i\rangle = \sum_{\alpha} U_{i\alpha}^+ |\nu_{\alpha}\rangle = \sum_{\alpha} U_{i\alpha}^* |\nu_{\alpha}\rangle,$$
 (1.8)

Da U eine unitäre  $(n \times n)$ -Matrix mit  $(n-1)^2$  unabhängigen Parametern ist, lässt sie sich durch eine n-dimensionale Rotationsmatrix mit  $(\frac{1}{2}n(n-1))$  Mischungswinkeln und  $(\frac{1}{2}(n-1)(n-2))$  Phasen beschreiben. Setzt man nun n=3 für die drei unterschiedlichen Flavourzustände, so erhält man drei Mischungswinkel  $(\theta_{12},\theta_{23},\theta_{13})$  und eine CP-verletzende Phase.

#### 2. Masseneigenwerte

Mindestens einer der Masseneigenwerte  $m_i$  besitzt eine Masse ungleich Null. Weiterhin ist daraus zu folgern, dass nicht alle Masseneigenwerte gleich sein müssen [Sch97].

Aus diesen Bedingungen folgt, dass Neutrinos eine Masse besitzen. Die Neutrinoszillation ist in mehreren Experimenten, von denen eine Auswahl im folgenden Abschnitt beschrieben wird, beobachtet worden.

Der Massenoperator ist zeitlich unabhängig und somit sind auch seine Eigenwerte stationäre Zustände. Da es sich bei der Oszillation aber um einen zeitabhängigen Vorgang handelt, kann man die Masseneigenzustände zeitlich entwickeln. Dazu benutzt man die Schrödinger-Gleichung ( $\hbar = c = 1$ )[Sch97].

$$|\nu_i(t)\rangle = e^{-i \cdot E_i \cdot t} |\nu_i\rangle \tag{1.9}$$

mit

$$E_i = \sqrt{p_i^2 m_i^2} \approx p + \frac{m_i^2}{2p} \approx E + \frac{m_i^2}{2E} \quad \text{falls} \quad p \gg m_i$$
 (1.10)

Dies bedeutet, dass, wenn  $m_i \neq m_j$  für  $i \neq j$  ist, die unterschiedlichen Masseneigenzustände mit unterschiedlichen Phasenfaktoren ausbreiten und dadurch entwickelt sich ein reiner Zustand  $|\nu_{\alpha}\rangle$  mit der Zeit in folgenden zeitabhängigen Zustand

$$|\nu(t)\rangle = \sum_{i} U_{\alpha i} \cdot e^{-i \cdot E_{i} \cdot t} |\nu_{i}\rangle = \sum_{i,\beta} U_{\alpha i} U_{\beta i}^{*} \cdot e^{-i \cdot E_{i} \cdot t} |\nu_{\beta}\rangle$$
(1.11)

Wird nun ein Neutrino nach einer Flugzeit  $t \neq t_0 = 0$  bzw. einer Flugstrecke L durch einen Prozess der schwachen Wechselwirkung detektiert, so ist es mit einer nicht verschwindenden Wahrscheinlichkeit möglich, dass ein Neutrino, das mit einem Flavour  $\nu_{\alpha}$  gestartet ist, mit einem Flavour  $\nu_{\beta}$  detektiert wird. Die Übergangswahrscheinlichkeit im 2-Flavour-Formalismus (für die Mischungsmatrix U ist n = 2) gilt

$$P(\alpha \to \beta, t) = |\langle \nu_{\beta} | \nu(t) \rangle|^2, \tag{1.12}$$

was sich aus

$$\begin{pmatrix} \nu_{\alpha} \\ \nu_{\beta} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos(\theta) & \sin(\theta) \\ -\sin(\theta) & \cos(\theta) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \nu_{1} \\ \nu_{2} \end{pmatrix}$$
 (1.13)

ergibt. Man erhält somit für die Übergangswahrscheinlichkeit

$$P(\alpha \to \beta, t) = \sin^2(2\theta) \cdot \sin^2(\frac{\Delta m^2}{4} \frac{L}{E}) \text{ mit } \Delta m^2 = m_2^2 - m_1^2.$$
 (1.14)

Aus der Gleichung ist leicht zu erkennen, dass weder die Mischungswinkel als auch die Massendifferenz  $\Delta m^2$  verschwinden dürfen, damit die Wahrscheinlichkeit für die Neutrinooszillation nicht Null wird. Dabei definiert der Mischungswinkel die Amplitude und die Massendifferenz zusammen mit der Energie E und der Wegstrecke L die Phase der Oszillation.

# **Experimente zur Neutrinoozillation**

Als erstes Experiment soll das Homestake-Experiment vorgestellt werden, da bei diesem Experiment zum ersten Mal das sogenannte Neutrinoproblem aufgetreten ist. Das Homestake-Experiment entstand um das Jahr 1970 und besteht aus einem 615 t Perchlorthylen (C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>) Tank (vgl. Abbildung 1.3), der als Detektor für solare Neutrinos

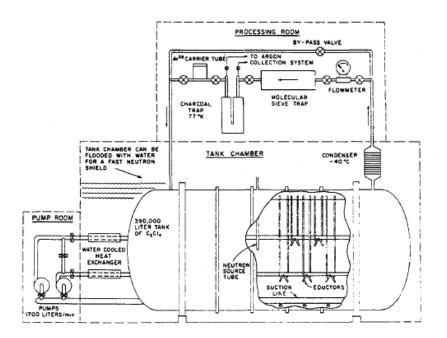


Abbildung 1.3: Schematischer Aufbau des Homestake-Experiments. Zu sehen ist der Tank für den Neutrinoeinfang, der mit 390.000  $\ell$  Perchlorthylen (C<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>) gefüllt ist, das Kühlsystem mit einer Pumpleistung von 1700  $\ell$ /min, sowie das Pumpsystem, in dem die Rückzerfall von <sup>37</sup>Ar in <sup>37</sup>Cl zum Nachweis der Neutrinos stattfindet. Abbildung aus [Dav94].

dient. Zur Abschirmung gegen andere Teilchen ist der Tank in der 1400 m tiefen Homestake Bleimine eingebracht.

Treffen Neutrinos auf den Tank findet folgende Reaktion statt

$$\nu_e + {}^{37}\text{Cl} \to {}^{37}\text{Ar} + e^-.$$
 (1.15)

Das dabei entstehende <sup>37</sup>Ar ist radioaktiv mit einer Halbwertszeit von  $T_{1/2}=36$  d und wird in regelmäßigen Abständen aus dem Tank gepumpt. Durch den Rückzerfall von <sup>37</sup>Ar in <sup>37</sup>Cl können die Neutrinos nachgewiesen werden. Dabei ist die Anzahl der entstandenen <sup>37</sup>Ar Atome proportional zu der Anzahl der eingefallenen Neutrinos. Die Anzahl der detektierten Neutrinos wird dabei in der Einheit Solar Neutrino Unit (SNU) angegeben und bedeutet, dass, wenn man 1 SNU detektiert,  $10^{-37}\nu$ -Einfänge pro Targetatom pro Sekunde erhält [Sch97].

Zwischen der theoretischen Vorhersage der Modellrechnung des Standard-Sonnen-Modells (SSM) und der tatsächlichen detektierten Neutrinos liegt eine Diskrepanz um den Faktor 3 [Dav96],[Bah95].

Homestake:  $2,56 \pm 0,22$  SNU

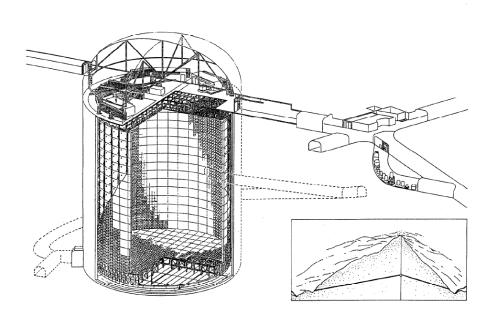


Abbildung 1.4: **Aufbau des Superkomiokande-Detektors**. Zu sehen ist der 41 m hohe Tank, der mit 50.000 t ultrareinem Wasser gefüllt ist. Der Durchmesser beträgt 39 m. Die Wände sind mit 11.200 Photomultipliern zum Nachweis der Tscherenkow-Strahlung ausgekleidet. Das kleinere Bild unten rechts zeigt die Lage des Tanks in der 1 km tiefen Kamioka-Mine in Japan. Abbildung aus [Kos98].

$$SSM: 9, 3 \pm 1, 3 SNU$$
 (1.16)

Die Ergebnisse konnten erst 1990 durch das GALLEX-Experiment bestätigt werden [Sch97].

Das GALLEX-Experiment besteht aus einem Tank, der mit 101 t Galliumtrichlorid-Salzsäure gefüllt ist. Das Gallium, welches 30 t der Lösung ausmacht, dient als Target-Material. Der gesamte Aufbau wurde im Laboratori Nazionali del Gran Sassa (LNGS) aufgestellt, welches sich im Gran Sasso-Bergmassiv befindet und eine Abschirmung von 3200 Meter Wasseräquivalenz besitzt [Ham94]. Diese Abweichung wurde in der Folgezeit als solares Neutrinoproblem bekannt und konnte erst durch die Entdeckung der Neutrinoszillation gelöst werden. Als nächstes Experiment soll der Superkamiokande-Detektor, der in der 1 km tiefen Kamioka-Mine in Japan aufgestellt ist und seit Mitte der 90er Jahre Daten aufnimmt, vorgestellt werden. Der Detektor besteht aus einem zylindrischen Tank mit einem Durchmesser von 39 m und einer Höhe von 41 m. Der Tank ist mit 50.000 t ultrareinem Wasser gefüllt und ist von 11.200 Photomultipliern umgeben. In dem Detektor werden solare und atmosphärische Neutrinos über Tscherenkow-Strahlung nachgewiesen. Dabei erzeugen einfallende Neutrinos bei der Wechselwirkung mit dem

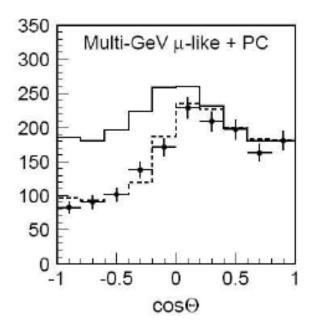


Abbildung 1.5: **Zenitwinkelabhängiges Defizit von**  $\nu_{\mu}$ . Die durchgezogene Linie zeigt den erwarteten Fluss und die gestrichelte Linie den Fit an die Messdaten. Abbildung aus [SK04].

Wasser Leptonen der gleichen Generation. Diese Leptonen können dann über das entstehende Licht im Wassertank mit Hilfe der Photomultiplier nachgewiesen werden. Bei solaren Neutrinos geschieht dies über die elastische  $\nu$ -e-Streuung

$$\nu_e + e^- \to \nu_e + e^- \tag{1.17}$$

und bei atmosphärischen Neutrinos über die geladene-Strom-Reaktion

$$\nu_{\alpha} + N \to l_{\alpha} + X \tag{1.18}$$

Mithilfe des detektierten Tscherenkow-Lichts kann man Informationen über Flavour, Energie, Richtung und Zeit der Neutrinos gewinnen. Entsprechend der Produktionsgleichung (vgl. vorheriges Kapitel) wird für atmosphärische Neutrinos ein Verhältnis des  $\nu_{\mu} + \bar{\nu}_{\mu}$  Fluss zu dem  $\nu_{e} + \bar{\nu}_{e}$  Fluss von 2:1 erwartet. Das Experiment zeigt aber einen Mangel an Myon(anti)neutrinos, der zenitwinkelabhängig ist (vgl Abbildung 1.5).

Diese Daten stimmen mit der 2-Flavour-Oszillation von  $\nu_{\mu} \leftrightarrow \nu_{\tau}$  überein. Die Zenitwinkelabhängigkeit lässt sich mit der winkelabhängigen Wegstrecke L der Neutrinos  $(L_{min} \approx 20 \text{ km} \text{ und } L_{max} \approx 13.000 \text{ km})$  erklären. Mit diesem Experiment konnte gezeigt werden, dass die Neutrinoszillation nicht nur bei solaren Neutrinos sondern auch bei atmosphärischen Neutrinos auftritt. Als Ergebnis des Experiments können die Parameter

mit 90% C.L. eingeschränkt werden auf

$$1, 9 \cdot 10^{-5} eV^2 < \Delta m_{23}^2 < 3, 0 \cdot 10^{-3} eV^2$$
  
 $\sin^2(2\theta_{23}) > 0, 2 \text{ [Ash04]}$  (1.19)

Dies ist mit der "maximal Mischung"  $\sin^2(2\theta_{23}) = 1$  verträglich.

Dass die Ursache für das Defizit der solaren Neutrinos Neutrino-Flavour-Oszillation ist, konnte erst 2001 von der Sudbury Neutrino Observatory Kollaboration (SNO) mit dem SNO-Experiment gezeigt werden [Ahm01]. Als Detektor wird ein kugelförmiger Tank, der mit 1000 t schwerem Wasser D<sub>2</sub>O gefüllt ist, benutzt. Der Tank ist von 9456 Photomultipliern umgeben. Um ihn gegen kosmische Strahlung abzuschirmen, ist er 2 km unter der Erde in der Sudbury Mine, Kanada aufgestellt. Der Detektor ist empfindlich auf alle drei Neutrinoflavour ( $\nu_e, \nu_\mu, \nu_\tau$ ), da die Neutrinos mit den Neutronen des Deuteriums nach folgenden Gleichungen reagieren können

$$\nu_e + d \to p + p + e^-$$
 CC, charged current
$$\nu_\alpha + d \to p + n + \nu_\alpha$$
 NC, neutral current mit  $\alpha = e, \mu\tau$ 

$$\nu_\alpha + e^- \to \nu_\alpha + e^-$$
 ES, elastic scattering mit  $\alpha = e, \mu\tau$  (1.20)

Durch das charakteristische Tscherenkow-Licht lassen sich die Reaktionen des geladenen Stroms sowie der elastischen Streuung identifizieren. Bei der Reaktion des neutralen Stroms wird ein  $\gamma$  mit 6,25 MeV emittiert, das durch den Neutroneneinfang des Deuteriumkerns entsteht. Der gemessene Strom hat charakteristische Anteile an  $e^-$ -,  $\mu$ - und  $\tau$ -Neutrinos. Die Addition stimmt mit der Vorhersage des SSM überein (vgl. Abbildung 1.6). Unter Berücksichtikung des MSW-Effekts, benannt nach ihren Entdeckern S. Michejew, A. Smirnow und L. Wolfenstein, der die resonante Verstärkung der Ozillationswahrscheinlichekeit beim durchdringen von Materie mit variierender Elektronendichte beschreibt [Sch97], in der Sonne und der Vakuum-Oszillation auf dem Weg von der Sonne zur Erde kann das solare Neutrinoproblem vollständig erklärt werden.

# 1.5 Direkte und indirekte Neutrinomassenbestimmung

Im vorhergegangenen Abschnitt wurden Experimente zur Neutrinoozillation vorgestellt. Mit diesen Experimenten ist es allerdings nicht möglich, die absolute Neutrinomasse zu bestimmen sowie eine Aussage über die Massenhierarchie zu geben. Um die absolute Neutrinomasse zu bestimmen, gibt es mehrere experimentelle Methoden.

1. kosmologische Untersuchung: WMAP <sup>1</sup> + Strukturuntersuchung

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>WMAP oder auch MAP steht für die in 2001 gestartete US-Raumsonde Wilkinson Microwave Anisotropy Probe, die bis 2010 in Betrieb war. Die Sonde untersuchte Unregelmäßigkeiten in der kosmischen Hintergrundstrahlung.

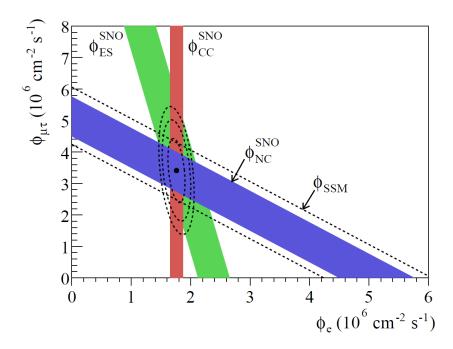


Abbildung 1.6: **Resultat des SNO-Experiments** Der gesamte Neutrinofluss stimmt gut mit den Vorhersagen des SSM-Modells überein. Abbildung aus [Ahm02].

- 2. neutrinoloser doppelter  $\beta$ -Zerfall
- 3. Untersuchung schwacher Zerfälle

Die dritte Methode wird auch beim KATRIN-Experiment benutzt. Der Vorteil dieser Methode ist, dass sie modelunabhängig ist und hauptsächlich die relativistische Energie-Impuls-Beziehung nutzt. Die aktuellen Obergrenzen für Myon- und Tauonneneutrinos stammen aus den entsprechenden schwachen Zerfällen. Allerdings sind ihre Obergrenzen um mindestens fünf Größenordnungen schlechter als die aktuelle Obergrenze für die Elektronneutrinomasse.

$$m_{\bar{\nu}_e} < 2 \text{ eV} \quad [PDG] \tag{1.21}$$

Diese Obergrenze stammt aus der Untersuchung des Endpunktes des Tritium- $\beta$ -Zerfalls. Das Ziel von KATRIN ist es, diese Obergrenze auf  $m_{\bar{\nu}_e} < 0, 2$  eV zu reduzieren. Eine ausführliche Beschreibung der kinematischen Massenbestimmung ist in den Unterkapiteln 2.1.1 und 2.2.3 zu finden.

# 2 Das KATRIN-Experiment

# 2.1 Der Tritium- $\beta^-$ -Zerfall

Beim Tritium- $\beta^-$ -Zerfall wird ein Neutron aus dem Kern in ein Proton umgewandelt und ein Elektron sowie ein Elektronantineutrino, die bei der Umwandlung des Neutrons in das Proton entstanden sind, emittiert. Dabei bleibt die Massenzahl A erhalten und die Ladungszahl Z erhöht sich um eins.

$$^{3}_{1}H \rightarrow ^{3}_{2}He^{+} + e^{-} + \bar{\nu}_{e}.$$
 (2.1)

Die dabei freiwerdene Zerfallsenergie verteilt sich vorwiegend auf das Elektron und das Elektron-Antineutrino. Der Energieübertrag auf den Tochterkern kann aufgrund seiner deutlich höheren Masse vernachlässigt werden.

Im KATRIN-Experiment wird Tritium als Quellenisotop verwendet. Die Masse des Elektronantineutrinos kann mit Hilfe des Energiezerfallsspektrum des Elektrons bestimmt werden. Dazu betrachtet man die Zerfallsrate innerhalb eines Energieintervalls [E; E + dE], welches durch Fermis Goldene Regel gegeben ist

$$\frac{dE^2}{dt\ dE} = \frac{2\pi}{\hbar} |M|^2 \rho(E),\tag{2.2}$$

mit Kernmatrixelement M und der Phasenraumdichte der möglichen Endzustände  $\rho(E)$ . Nach [Alt03] lautet das Energiespektrum der  $\beta^-$ -Elektronen

$$\frac{dE^2}{dt dE} = R(E)\sqrt{(E_0 - E)^2 - m_{\bar{\nu}_e}^2 c^4} \theta(E_0 - E - m_{\bar{\nu}_e} c^2), \tag{2.3}$$

mit der Funktion

$$R(E) = \frac{G_F^2}{2\pi^3 \hbar^7 c^5} \cos(\theta_C)^2 |M|^2 F(Z+1, E) \ p(E+m_e c^2) \ (E_0 - E)$$
 (2.4)

mit  $G_F$  die Fermi-Kopplungskonstante,  $\theta_C$  der Cabibbo-Winkel, F(Z, E) die Fermi-Funktion und  $\theta(E_0 - E - m_{\bar{\nu}_e}c^2)$  als Funktion, die die Energieerhaltung gewährleistet.

# 2.1.1 Bestimmung der Neutrinomasse aus dem $\beta$ -Spektrum

Im Tritum- $\beta$ -Zerfall ist das Kernmatrixelement M sowie die Fermifunktion F(Z+1,E) abhängig von der Neutrinomasse  $m_{\bar{\nu}_e}$ . Nach [Rob88] berechnet sich das energieunabhängige Kernmatrixelement  $|M|^2$  zu

$$|M|^2 = 5,55 \tag{2.5}$$

und nach [Ang04] die Fermifunktion, welche die Coulomb-Wechselwirkung des emittierten Elektrons mit dem Tochterkern beschreibt, für Tritium mit Z=1 zu

$$F(Z+1, E=E_0) = 1,1875.$$
 (2.6)

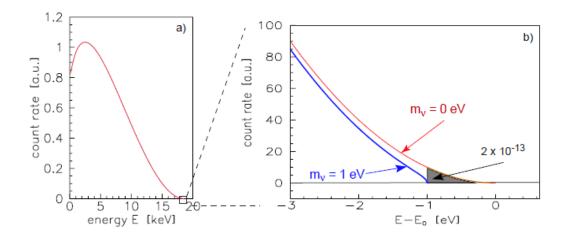


Abbildung 2.1: Simuliertes Energiespektrum der  $\beta^-$ -Elektronen. Links ist das vollständige  $\beta$ -Spektrum des Tritiumzerfalls gezeigt, rechts der Bereich des Spektrums beginnend bei 3 eV unterhalb des Endpunktes. Sollte das beim Tritiumzerfall entstandene Elektronantineutrino masselos sein, erhält man das rote Spektrum, für eine Masse von 1 eV die blaue Kurve. Abbildung aus [KAT04].

Damit wird das Spektrum nur über den im Phasenraumfaktor enthaltenen Impuls durch die Neutrinomasse beeinflusst.

$$p_{\bar{\nu}_e} = \sqrt{(E_0 - E)^2 - m_{\bar{\nu}_e}^2 c^4}$$
 (2.7)

Dieser Einfluss nimmt zu um so näher man der Endpunktsenergie des  $\beta$ -Spektrums kommt und bewirkt eine Verschiebung des Endpunktes (vgl. Abbildung 2.1).

Hierbei ist anzumerken, dass die gezeigten Spektren des  $\beta$ -Zerfalls von einem reinen Atomkern ohne umgebene Elektronen ausgehen. In der Realität müssen Wechselwirkungen und Einflüsse zwischen den Hüllenelektronen und des zweiten Molekülkerns mitberücksichtigt werden. Desweiteren muss die Wahrscheinlichkeit berücksichtigt werden, dass der Tochterkern in einem angeregten Zustand verbleibt. Für weitere Information zu diesem Thema sei auf [KAT04] verwiesen.

Theoretisch wäre es möglich, die Neutrinomasse aus der Position des Endpunktes und der Zerfallsenergie  $E_0$  des Tritum-Zerfalls zu bestimmen. Praktisch wird aber die Position des Endpunktes von dem Untergrundrauschen überdeckt sein. Der bis jetzt bestimmte Wert für die Zerfallsenergie von Tritium von

$$E_0(T_2) = 18571, 8 \pm 1, 2 \,\text{eV}$$
 (2.8)

für molekulares Tritium [Ott08], mit der Berücksichtigung der (H,<sup>3</sup>He)-Massendifferenz aus einem Penningfallen-Experiment [Nag06], ist für die hohe Sensitivität des KATRIN-Experiments zu ungenau. Aus diesem Grund wird die Form des Endpunktspektrums analysiert werden, wobei das Neutrinomassenquadrat  $m_{\bar{\nu_e}}^2$  sowie die Position des Endpunktes als freie Parameter behandelt werden.

Um die hohe Sensitivität zu erreichen, die nötig ist, das  $\beta$ -Spektrum im Endpunkt zu vermessen, werden folgende Anforderungen an das KATRIN-Experiment gestellt:

#### • Eine hohe Signalrate in der Endpunktregion

Die Zählrate sinkt mit der dritten Potenz der Energie in dem Bereich des Endpunktes (folgt aus Gleichung 2.3 und Gleichung 2.4). Um die Signalrate zu erhöhen, ist es deshalb notwendig, dass das Spektrometer einen möglichst großen Raumwinkel der emittierten Elektronen verarbeiten kann.

#### • Hohe Energieauflösung

Die erreichbare Sensitivität verbessert sich mit der Energieauflösung

• Gutes Signal-zu-Untergrund-Verhältnis in dem Endpunktbereich Diese Anforderung wird durch die Verwendung eines MAC-E-Filters realisiert. Das MAC-E-Filterprinzip wird im folgendem Abschnitt näher erklärt. Außerdem verweise ich für ausführlichere Informationen auf [Kru83] sowie [KAT04].

# 2.2 Aufbau des KATRIN-Experiments

Das KATRIN-Experiment wird am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) aufgestellt. Die Wahl für den Standort beruht auf der Erfahrung des dortigen Tritiumlabors (TLK) mit dem Umgang und der Lagerung von der benötigten Menge sowie der geforderten Isotopenreinheit von 95% des Tritiums.

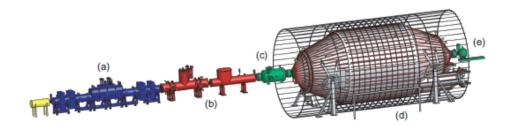


Abbildung 2.2: **Der experimentelle Aufbau des KATRIN-Experiments**. Dargestellt ist der 70 m lange Referenzaufbau des KATRIN-Experiments mit der WGTS (a), dem Transportsystem mit differentieller (DPS) und kryogener (CPS) Pumpstrecke (b), dem Vor- (c) und dem Hauptspektrometer mit Luftspulen (d) und dem Detektor (e). Abbildung aus [KAT04].

Wie in Abbildung 2.2 zu erkennen ist, kann das KATRIN-Experiment in mehrere Sektionen unterteilt werden. Im folgenden sollen diese Sektionen kurz beschrieben werden.

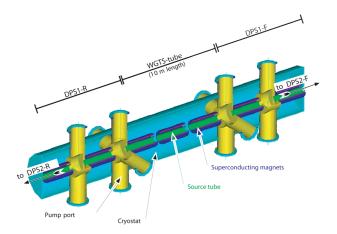


Abbildung 2.3: **Schematische Darstellung der WGTS**. Die WGTS besteht aus einem 10 m langen zylindrischen Rohr mit einem Durchmesser von 90 mm. In dieses Rohr wird durch mehr als 250 Löcher Tritium mit einem Druck von  $3,35 \cdot 10^{-3}$  mbar gepumpt. Das Rohr selbst ist auf 30 K gekühlt. Abbildung aus [KAT04].

#### 2.2.1 Die fensterlose gasförmige Tritiumquelle

Die fensterlose gasförmige Tritiumquelle (engl. Windowless Gaseous Tritium Source (WGTS)) besteht aus einem ca. 10 m langem Rohr mit einem Durchmesser von 90 mm (vgl. Abbildung 2.3). In dieses Rohr sind mehr als 250 Löcher mit einem Durchmesser von 2 mm eingebaut. Durch diese Löcher wird ein Tritium mit einem Druck von  $3,35 \cdot 10^{-3}$  mbar eingelassen. Am Ende der WGTS fällt dieser Druck auf ca.  $4 \cdot 10^{-5}$  mbar ab. Die Isotopenreinheit von Tritium beträgt > 95% und wird mit der Hilfe von einer Laser-Raman-Spektoskopie überprüft. Die Temperatur des Gases innerhalb der WGTS beträgt 30 K bei einer geforderte Messgenauigkeit von 0,03 K. Es wurde bereits eine Messgenauigkeit von 0,004 K erreicht [Gro11]. Die Elektronen, die durch den Tritium $\beta$ -Zerfall entstehen, werden von einem konstanten magnetischen Flussschlauch von

$$\Phi = B \cdot A = 191 \,\mathrm{T \, cm^2} \tag{2.9}$$

durch die folgenden Sektionen bis zum Detektor geleitet [KAT04].

# 2.2.2 Das Transportsystem

Nach der WGTS schließt sich die Transportsektion, bestehend aus der differentieller Pumpstrecke (engl. Differential Pumping Secion (DPS)) und kryogener Pumpstrecke (engl. Cryogenic Pumping Section (CPS)), an. Die DPS besteht aus einem mehrfach geknicktem Rohr (vgl. Abbildung 2.4), an deren Knickpunkten sich Turbomolekularpumpen befinden. Die Elektronen werden mit Hilfe von Magneten (5.6 T) durch die DPS

geleitet. Die Tritiummoleküle, welche nicht durch das Magnetfeld geleitet werden, werden durch Stöße mit der Wand zurückgehalten und durch die Turbomolekularpumpen abgepumpt.

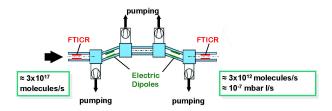


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung und CAD-Modell der DPS. Die DPS besteht aus einem verwinkelten Rohr, in deren Ecken Turpomolekularpumpen (TMP) angebracht sind. Die Elektronen werden durch ein Magnetfeld durch die Knicke geleitet. Die Tritiummoleküle werden nicht durch das Magnetfeld geleitet und stoßen somit mit der Wand und werden von den TMP abgepumt. Abbildung aus [KAT04].

Im Anschluss an die DPS befindet sich die CPS. Die CPS besteht ebenfalls wie die DPS aus einem mehrfach gewinkelten Rohr (vgl. Abbildung 2.5), durch das die Elektronen mithilfe eines Magnetfeldes geleitet werden. Zusätzlich sind die Innenwände der CPS mit einem 3 K kaltem Argonfrost belegt. Argon bildet bei diesen Temperaturen eine nadelartige Struktur aus. Diese Struktur bewirkt eine Vergrößerung der Oberfläche, was eine höhere Wahrscheinlichkeit der Absorbtion der Tritiummoleküle bewirkt. Nach der Transportsektion ist der Tritiumanteil auf unter  $10^{-14} \frac{\text{mbar} \ell}{\text{S}}$  reduziert worden [KAT04].

# 2.2.3 Prinzip des MAC-E-Filters

Der MAC-E-Filter wurde unter dem Namen SRS<sup>1</sup> 1980 von P. Kruit und F.H. Read vorgestellt [Kru83]. Diese Art von Spektrometer wurde bereits bei Experimenten zur Neutrinomassenbestimmung in Mainz und Troitsk eingesetzt. Mit diesen Erfahrungen wurde das Prinzip weiterentwickelt und kommt nun in einer größeren Dimension beim KATRIN-Experiment zum Einsatz.

Die wesentliche Verbesserung zu den Vorgängern besteht in der verbesserten Energieauflösung

- Mainz:  $\frac{\Delta E}{E} = 4.8 \text{ eV}$
- KATRIN:  $\frac{\Delta E}{E} = 0,93 \text{ eV}$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>SRS steht für Solenoid-Retardierungsspektrometer

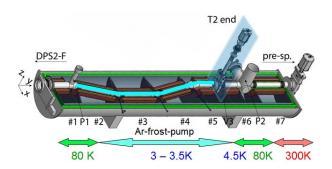


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung der CPS. Die CPS basiert auf der gleichen Technik wie die DPS. Zusätzlich wird aber die Wand der CPS mit einem 3 K kaltem Argonfrost belegt, der zur Vergrößerung der Oberfläche dient. Damit kann die Tritiumkonzentation nocheinmal gesenkt werden. Abbildung aus [KAT04].

sowie der doppellagigen Drahtelektrode zur Reduzierung des Untergrundes.

In Abbildung 2.6 ist der schematische Aufbau des MAC-E-Filters zu sehen. Die Hauptkomponenten sind die beiden Magnetspulen an den Seiten des Spektrometers, die sogenannten Solenoiden. Das Magnetfeld im Inneren des Spektrometers ist an den Solenoiden maximal und nimmt zur Mitte hin ab. Das Minimum wird im Idealfall in der sogenannten Analysierebene erreicht. Bei KATRIN ist das Verhältnis zwischen minimalem und maximalem Magnetfeld  $\frac{B_{max}}{B_{min}} \approx 20.000$ . Die Elektronen werden auf den Magnetfeldlinien durch das Spektrometer zum Detektor geführt. Wegen der Lorentzkraft führen die Elektronen eine Zyklotronbewegung um die Feldlinien aus, so dass man die kinetische Energie der Elektronen in eine parallele Komponente  $E_{\parallel}$  und eine senkrechte Komponente  $E_{\perp}$  zerlegen kann. Dann gilt für die gesamte kinetische Energie

$$E_{kin} = E_{\parallel} + E_{\perp} = E_{kin} \cos^2 \theta + E_{kin} \sin^2 \theta.$$
 (2.10)

Hierbei ist  $\theta$  der Winkel zwischen dem Geschwindigkeitsvektor  $\vec{v}$  und der Magnetfeldlinie. Für  $\theta$  gilt somit

$$\cos \theta = \left| \frac{\vec{B} \cdot \vec{v}}{|\vec{B}| \cdot |\vec{v}|} \right|. \tag{2.11}$$

Durch diese Zyklotronbewegung besitzt das Elektron ein magnetisches Bahnmoment  $\mu = \frac{e}{2m_e} |\vec{l}|$ , welches durch die Änderung des Magnetfeldes bzw. der magnetischen Feldstärke eine Gradientenkraft auf das Elektron bewirkt

$$\vec{F}_{\nabla} = \vec{\nabla}(\vec{\mu} \cdot \vec{B}). \tag{2.12}$$

Diese Gradientenkraft hat eine Beschleunigung der Elektronen entlang der Feldlinie zum Minimum der Feldstärke zur Folge. Ist die Änderung der Feldstärke gegenüber eines

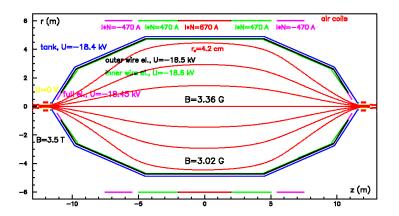


Abbildung 2.6: Elektomagnetisches Design des KATRIN-Hauptspektrometers. Zu sehen ist ein Querschnitt durch das Hauptspektrometer mit den geometrischen Abmessungen. In den Tank sind die Verläufe der Magnetfeldlinien eingezeichnet. Es ist deutlich zu erkennen, dass das Magnetfeld in der Analysierebene deutlich schwächer ist als an den Enden des Spektrometers. Weitergehend sind die Potenziale der Tankwand und der Drahtelektrode kenntlich gemacht. Abbildung aus [KAT04].

Zyklotronumlaufes klein, so ist diese Beschleunigung adiabatisch und das Bahnmoment ist eine Erhaltungsgröße der Bewegungsenergie

$$\mu = \frac{E_{\perp}}{R} = \text{const.} \tag{2.13}$$

Daraus folgt, dass sich  $E_{\perp}$  mit dem Magnetfeld B ändern muss, da  $\mu$  konstant ist. Da aber die Gesamtenergie des Elektrons erhalten werden muss, bewirkt die Änderung der transversalen Komponente  $E_{\perp}$  eine gleizeitige Änderung der parallelen Komponente  $E_{\parallel}$ . Dies hat zur Folge, dass bei abnehmender magnetischer Feldstärke die transversale Energie in longitudinale Energie umgewandelt wird. Besitzt nun das durch den  $\beta$ -Zerfall entstandene Elektron 18,6 keV maximale kinetische Energie in der Transversalkomponente, so ist der maximale mögliche Anteil  $E_{\perp}$  in der Analysierebene durch die Erhaltung des Bahnmomentes  $\mu$ 

$$\Delta E = E_{\perp,max,A} = E_{kin,max} \cdot \frac{B_{min}}{B_{max}} = 0,93 \,\text{eV}. \tag{2.14}$$

Dieser Wert entspricht der Energieauflösung des Spektrometers. Bis jetzt wurden die Elektronen ohne Auswahl nur magnetisch durch das Spektrometer geleitet. Im KATRIN-Experiment soll das Hauptspektrometer aber nur die hochenergetischen Elektronen durch das Spektrometer zum Detektor lassen. Um diese Selektion durchführen zu können, muss eine Retardierungsspannung  $U_0$ , die ein elektrisches Gegenpotential bewirkt, angelegt werden. Dieses Gegenpotential ist in der Analysierebene maximal und sorgt dafür, dass nur Elektronen mit einer kinetischen Energie  $E_{\parallel,A} > -eU_0$  das Potential überwinden können. Daraus ergibt sich die Transmissionsbedingung

$$E_{\parallel,A} - eU_0 = E_S - E_{\perp,A} - eU_0 > 0 \tag{2.15}$$

welche nach Gleichung 2.10 von  $\theta$  abhängt.

$$E_{\parallel,A} - eU_0 = E_S - \underbrace{E_S \cdot \sin^2 \theta \cdot \frac{B_{min}}{B_S}}_{E_{\perp,A}} - eU_0 > 0$$
(2.16)

 $\operatorname{mit}$ 

 $E_{\parallel,A}$  die logitudinale Energie in der Analysierebene,

 $E_{\perp,A}$  die transversale Energie in der Analysierebene,

 $E_S$  die Energie des Elektrons am Entstehungsort,

 $B_S$  die magnetische Feldstärke am Entstehungsort,

 $B_{min}$  die minimale magnetische Feldstärke in der Analysierebene,

 $\theta$  der Startwinkel der Elektronen zwischen Impulsrichtung und Magnetfeldlinie,

 $U_0$  das maximale retardierende Potential in der Analysierebene.

Dies bedeutet, dass theoretisch alle Elektronen transmittiert werden, die unter einem Startwinkel von

$$\theta \ll \theta_S = \arcsin\left(\sqrt{\frac{E_S - eU_0}{E_S} \cdot \frac{B_S}{B_{min}}}\right)$$
 (2.17)

emittiert werden. Praktisch muss aber der Spiegeleffekt berücksichtigt werden, da im experimentellen Aufbau das Magnetfeld in der WGTS  $B_S = 3,6$  T geringer ist als das maximale Magnetfeld  $B_{max} = 6$  T. Dadurch werden alle Elektronen reflektiert, deren Startwinkel größer ist als

$$\theta_S^{max} = \arcsin\sqrt{\frac{B_S}{B_{max}}} \tag{2.18}$$

Dies führt dazu, dass Elektronen mit einem großen Startwinkel, deren Weg zum Detektor sehr weit ist und somit eine größere Wahrscheinlichkeit haben an inelastischen gestreut zu werden, nicht zum Detektor gelangen. Der maximale noch transmittierte Startwinkel  $\theta_S^{max}$  beträgt beim KATRIN-Experiment 50,77°. Damit ergibt sich eine analytische Transmissionsfunktion von [Pic92].

$$T(E_S, U_0) = \begin{cases} 0 & \text{für } E_S < qU_0 \\ \frac{1 - \sqrt{1 - \frac{E_S - qU_0}{E_S}} \frac{B_S}{B_{min}}}{1 - \sqrt{1 - \frac{B_S}{B_{max}}}} & \text{für } E_S(1 - \frac{B_{min}}{B_S}) \le qU_0 \le E_S \\ 1 & \text{für } qU_0 \le E_S(1 - \frac{B_{min}}{B_S}) \end{cases}$$
(2.19)

Die Transmissionsfunktion ist abhängig von der Energie der Elektronen  $E_S$ , dem Ver-

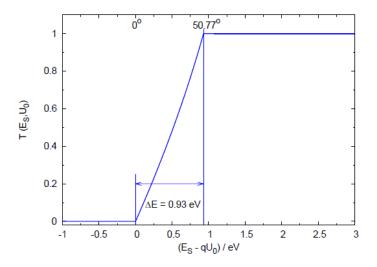


Abbildung 2.7: Analytische Transmissionsfunktion des KATRIN-Hauptspektrometers. Gezeigt wird die theoretische Transmissionsfunktion des KATRIN-Hauptspektometers mit Energieauflösung  $\Delta E$  und maximalem Startwinkel  $\theta_S^{max}$ . Abbildung aus [KAT04].

hältnis der Magnetfelder von Quellort zur Analysierebene  $\frac{B_S}{B_{min}}$ , dem Retardierungspotential  $U_0$  sowie der Spektrometerauflösung  $\Delta E$  (vgl. Abbildung 2.7).

# 2.2.4 Das Vor- und Hauptspektrometer

Nach der Transportsektion befindet sich das Spektrometersystem, bestehend aus Vorund Hauptspektrometer. Die beiden Spektrometer beruhen auf dem MAC-E-Filter Prinzip.

Das Vorspektrometer reflektiert die niederenergetischen Elektronen ( $E < E_0 - 300 \, eV$ ) zurück in die Quellsektion, so dass nur hochenergetische  $\beta^-$ -Elektronen in das Hauptspektrometer gelangen können. Durch diese Vorauswahl wird der Elektronenfluss von  $10^{10}~1/\mathrm{s}$  vor dem Vorspektrometer auf  $10^3~1/\mathrm{s}$  reduziert. Diese Verringerung bewirkt, dass weniger  $\beta^-$ -Elektronen mit dem Restgas streuen können und ist notwendig, um die Vorgaben an den Untergrund zu erfüllen. Das Hauptspektometer kann so eingestellt werden, dass nur noch Elektronen mit der gewünschten Energie den Detektor erreichen. Auf Grund seiner Größe ist die Energieauflösung des Hauptspektrometers im Gegensatz zum Vorspektrometer um den Faktor 100 höher. Bis auf die Größe ist der mechanische Aufbau der beiden Spektrometer sehr ähnlich.

• Die Energieauflösung des Vorspektrometers beträgt etwa 100 eV. Es ist 3,4 m lang und besitzt eine Durchmesser von 1,7 m.

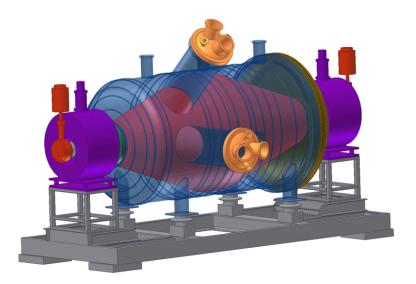


Abbildung 2.8: Schematische Darstellung des Vorspektrometers. Das Vorspektrometer besitzt eine Länge von 3,4 m und einen Durchmesser von 1,7 m in der Analysierebene. Die Energieauflösung beträgt 100 eV. Die Auswahl der transmittierten Elektronen basiert auf dem MAC-E-Filter Prinzip (vgl. Kapitel 2.2.3). Das Vorspektrometer reduziert den Elektronenfluss auf 10<sup>3</sup> 1/s. Abbildung aus [KAT04].

• Das Hauptspektrometer hat eine Energieauflösung von 0,93 eV. Es ist 23 m lang und der Durchmesser der Analysierebene beträgt 10 m.

An der Innentankwand sind bei beiden Spektrometern quasi-masselose Drahtelektronen angebracht, die zwei Aufgaben erfüllen.

- 1. **Abschirmung gegen Untergrundelektronen**, die durch kosmische Myonen oder radioaktive Zerfälle in der Tankwand entstehen. Durch die Drahtelektrode werden diese Elektronen gegen die Tankwand reflektiert, da das Elektrodenpotential negativer als das Tankpotential ist, und können keine Ionen oder Sekundärelektronen im Tank verursachen.
- 2. Feinjustierung des elektrischen Gegenfeldes. Durch das Anlegen eines Dipolfeldes können gespeicherte Elektronen durch den so entstehenden  $\vec{E} \times \vec{B}$ -Drift aus dem Tank entfernt werden.

Im Hauptspektrometer wird zwischen den einzelenen Drahtelektrodenlagen eine Potentialdifferent von 100 V angelegt. Für weitere Informationen über die Drahelektrode verweise ich auf [Hug08], [Val09], [Hil12] und [Pra12].

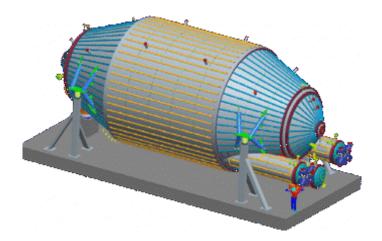


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung des Hauptspektrometers. Das Hauptspektrometer arbeitet wie das Vorspektrometer nach dem MAC-E-Filter Prinzip (vgl. Kapitel 2.2.3). Die geometrischen Abmessung des Hauptspektrometers betragen 23 m in der Länge und 10 m im Durchmesser in der Analysierebene. Die Energieauflösung ist gut ein Faktor 100 besser als bei dem Vorspektrometer und beträgt 0,93 eV. Abbildung aus [KAT04].

#### 2.2.5 Der Detektor

Die Elektronen, die das Potential des Hauptspektrometers überwinden können, werden zum Detektor hin nachbeschleunigt und vom Detektor gezählt. Das Herzstück des Detektors ist eine Si-PIN-Diode, die aus 148 Segmenten besteht und einen Gesamtdurchmesser von 9 cm hat.

An den Detektor werden folgende Anforderungen gestellt:

- ullet Hohe Nachweiseffizienz für Elektronen mit einer kinetischen Energie  $\sim 18\,\mathrm{eV}$
- Hohe Energieauflösung für niederenergetische Untergrundelektronen ( $\simeq 1 \text{ keV}$  für 18,6 keV Elektronen) [Dun08]
- Niedrige Untergrundzählrate

Für weitergehende Informationen zu dem Detektor sei auf [Ste07] verwiesen.

# 2.3 Die kondensierte Kryptonquelle

Die kondensierte Kryptonquelle (engl. Condensed Krypton Source (CKrS)) ist eine Kalibrationsquelle für das KATRIN-Experiment, die Elektronen mit einer Energie von 17,824 keV zur Verfügung stellt. Diese Elektronen haben eine Energieschärfe von 2,7 eV

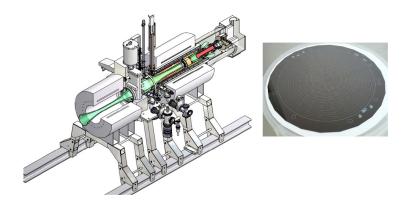


Abbildung 2.10: Schematische Darstellung des Detektors (links) und Foto des Wavers mit den einzelnen Segmenten (rechts). Abbildung aus [KAT04].

und entstehen als Konversionselektronen aus dem Zerfall des angeregten  $^{83m}$ Kr-Kerns, der eine Halbwertszeit von  $T_{1/2}=1,83\,\mathrm{h}$  besitzt. Die angeregten  $^{83m}$ Kr-Kerne stammen aus dem Zerfall von  $^{83}$ Rb, das eine Halbwertszeit von  $T_{1/2}=86,2\,\mathrm{d}$  besitzt.

Die CKrS befindet sich im Moment als Testaufbau in der IKP Münster und soll später in die CPS eingebaut werden. Der genaue Aufbau sowie das spätere Design werden in den folgenden Kapiteln 2.3.2ff detailliert beschrieben.

### 2.3.1 Konversionselektronen von 83m Kr

Wird ein Atomkern angeregt, kann dieser auf zwei Arten in den Grundzustand überführt werden. Dies kann durch die Emission eines  $\gamma$ -Quantes oder durch innere Konversion geschehen. Bei der internen Konversion wechselwirkt der angeregte Kern elektromagnetisch mit den Hüllenelektronen. Die Energie wird dabei auf ein Hüllenelektron abgegeben, wodurch freie Elektronen entstehen können. Die freien Elektronen besitzen dann als kin. Energie die Differenz aus übertragender Energie und Bindungsenergie.

$$E_{kin} = E_{\gamma} - E_B^{Vak} \tag{2.20}$$

mit:

 $E_{kin}$  kinetische Energie

 $E_{\gamma}$  Anregungsenergie des Kerns

 $E_B^{Vak}$  Bindungsenergie des Hüllenelektrons bzgl. des Vakuums

Bei der Auslösung von einzelnen Elektronen sind diese monoenergetisch und ihre Linienbreite hängt von der Lebensdauer des angeregten Niveaus ab.

 $^{83m}$ Kr ist ein meta-stabiler angeregter Zustand der zu 77% aus einem Elektroneneinfang des Mutterisotops  $^{83}$ Rb entsteht (vgl. Abbildung 2.11 sowie [Nudat2]). Dieser Zustand bei 541,55 keV zerfällt über ein Zwischenniveau bei 9,4 keV. Dieser Zerfall von dem  $I=\frac{1}{2}^-$  Niveaus in das  $I=\frac{7}{2}^+$  Niveaus besitzt eine Zerfallsenergie von 32,151 keV und

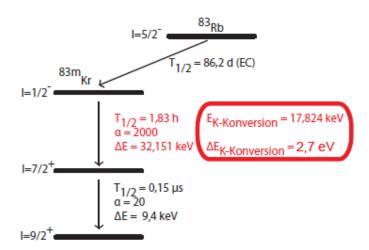


Abbildung 2.11: **Zerfallschema von** <sup>83</sup>**Rb**. <sup>83</sup>Rb zerfällt durch den Einfang eines Elektrons in den angeregten <sup>83m</sup>Kr Zustand. Dieser angeregte Zustand reagiert sich zu einer sehr hohen Wahrscheinlichkeit durch innere Konversion ab. Dabei wird ein Elektron mir einer Energie von 17,825 keV und einer Energieschärfe von 2,7 eV emittiert. Das  $\alpha$  in den Übergängen gibt die Wahrscheinlichkeit für innere Konversion an. Das  $T_{1/2}$  gibt die Halbwertszeit des Zustandes und  $\Delta E$  die Energiedifferenz zwischen den Zuständen an. Abbildung aus [Ost08].

eine Konversionskoeffezienten von 2000, d.h. die Wahrscheinlichkeit für innere Konversion ist um einen Faktor 2000 höher als die Wahrscheinlichkeit für die Emission eines  $\gamma$ -Quantes. Die Konversionselektronen aus der K-Schale besitzen eine kinetische Energie von 17,824 keV und eine Linienbreite von 2,7 eV. Der folgende Übergang vom  $I=\frac{7}{2}^+$  Niveaus in das  $I=\frac{9}{2}^+$  Niveaus hat eine sehr kurze Halbwertszeit von 154,4 ns und eine daraus resultierende Linienbreite von 9,4 keV. Der Konversionskoeffezient für diesen Zerfall ist 20 (vgl. Abbildung 2.11).

Die K-32 Linie des <sup>83m</sup>Kr Zerfalls hat sich als sehr stabil und reproduzierbar gezeigt [Ost08] und erfüllt damit alle Voraussetzungen, die an die Kalibrationsquelle gestellt werden. Um die Transmissionsfunktion zu bestimmen, ist weitergehend eine hohe Rate an Elektronen notwendig (ca. 2,5 kHz). Dies kann dadurch realisiert werden, dass das innere Kaltschild auf eine Temperatur von ca. 150 K geheizt wird und somit das gasförmige <sup>83m</sup>Kr sich nur auf dem Substrat und nicht auf dem inneren Kaltschild festfriert [Smo08]. Aber die Stabilität der K-32 Linie wurde bis jetzt noch nicht mit dieser Konfiguration getestet, so das es möglich sein kann, dass durch den höheren Restgasanteil die Stabilität

beeinträchtigt sein kann.

#### 2.3.2 Aufbau im IKP Münster

Der aktuelle Testaufbau der CKrS befindet sich im Institut für Kernphysik an der Westfälischen-Wilhelms-Universität Münster. An dem Testaufbau sollen folgende Aspekte überprüft werden, bevor der abschließende finale Aufbau der CKrS durchgeführt wird.

- Test des automatisierten Gaseinlasses und ihre Reproduzierbarkeit [Sch11].
- Bestimmung von Schichtdicken, des aufgefrorenen Kryptonfilms mithilfe von Ellipsometrie (vgl. Kapitel 3), [Ost08], [Weg10].
- Test zur Reinigung des HOPG-Substrats (vgl. Kapitel 4.1.1 und Kapitel 5.5), [Ost08]
- Test zur Ellipsometrie mit festem Analysator (vgl. Kapitel 5) und [Spi11]
- Entwicklung und Test der Motorsteuerung zur Bewegung der CKrS [Bot12]

Der aktuelle Testaufbau lässt sich grob in zwei Bereiche einteilen. Erstens das Gassystem, welches das Gas zum Frieren der Filme zur Verfügung stellt und den Einlass des Gases in den zweiten Teil der CKrS reguliert, und zweitens den kryogenen Bereich, in dem sich das Substrat und die Kaltschilde befinden.

#### Das Gassystem

Das automatisierte Gassystem ermöglicht es, Gas in den kryogenen Bereich der CKrS einzulassen. Dabei kann entschieden werden, ob stabiles Kryptongas oder radioaktives Kryptongas genutzt werden soll. Für die Tests der Ellipsometrie und der Reinigung des Substrats wurde bislang nur stabiles Gas genutzt, da man so unkompliziert einzelne Bauteile austauschen kann, da diese nicht radioaktiv belastet sind. In der Gasmischkammer wird der Druck mit Hilfe von zwei Druckmessröhren ausgelesen (IoniVac ITR 90 und CeraVac CTR 91). Dies ist nötig, um reproduzierbare Bedingungen für den Gaseinlass zu gewährleisten. Über ein Dosierventil (VAT 57124-GE44) kann Gas stoßweise in eine Kapillare, die das Gassystem mit dem kryogenen Bereich verbindet, abgegeben werden. Für dieses Ventil kann der Öffnungsgrad (0-12V) sowie die Öffnungsdauer eingestellt werden. Durch den Druckunterschied zwischen Gasmischkammer (ca. 2 mbar) und kryogenen Bereich (ca.  $5 \cdot 10^{-10}$  mbar) diffundiert das Gas in den kryogenen Bereich. Die Kapillare wird dabei bei einer Temperatur von 120 K gehalten, um Verunreinigungen im Gas in der Kapillare zurückzuhalten.

Das radioaktive  $^{83m}$ Kr-Gas wird durch eine  $^{83}$ Rb-Feststoffquelle erzeugt und durch ein Ventil in die Kapillare eingelassen werden. Der Druck des  $^{83m}$ Kr-Gas ist abhängig von dem Zerfall der  $^{83}$ Rb-Feststoffquelle und wurde von [Smo08] untersucht. Als Ergebnisse

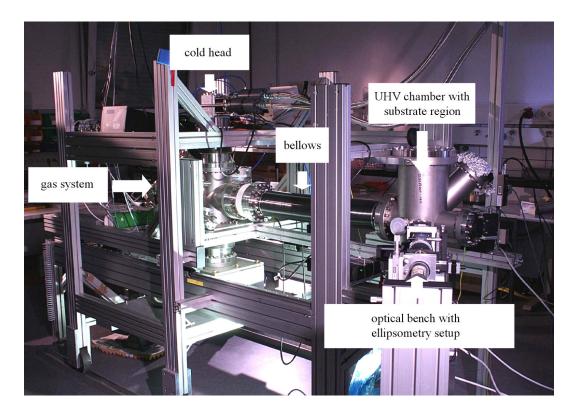


Abbildung 2.12: **Bild des CKrS-Testaufbaus in Münster**. Eingezeichnet sind die wichtigsten Komponenten des Testaufbaus, wie das Gassystem, die Balge, die nötig sind, um die CKrS zu verfahren, der Kaltkopf, der die Substratregion kühlt, sowie die optische Bank für die Ellipsometrie. Abbildung aus [Sch11].

dieser Untersuchungen wurde festgestellt, dass sich nach einer Zeit von ungefähr 45 Minuten (bei einer Aktivität von 455 kBq) eine Sättigung der <sup>83m</sup>Kr-Atome in der Gasphase in dem Rb-Behälter einstellt.

#### Der kryogene Bereich

Der kryogene Bereich der CKrS basiert auf einem zweistufigen Kaltkopf (Sumitomo Heavy Industries Ltd. RDK 408D) mit einem 1300 mm langen Kaltfinger aus Kupfer. Die erste Stufe des Kaltkopfes hat ein Kühlleistung von 34 W bei 40 K. An die erste Stufe ist das äußere Kaltschild thermisch gekoppelt. Die zweite Stufe besitzt eine Kühlleistung von 1 W bei 4 K und kühlt das innere Kaltschild sowie den Substrathalter. An dem Substrathalter aus Kupfer ist das HOPG-Substrat befestigt. In diesem Substrathalter ist eine Temperaturdiode (LakeShore Si-Diode) zur Überwachung der Substrattemperatur und ein Heizwiderstand (TVO-Widerstand) zum Gegenheizen und Aufheizen eingelassen. Zur Überwachung des Restgases ist an der Kammer ein Quadropole-Massenfilter (Infi-

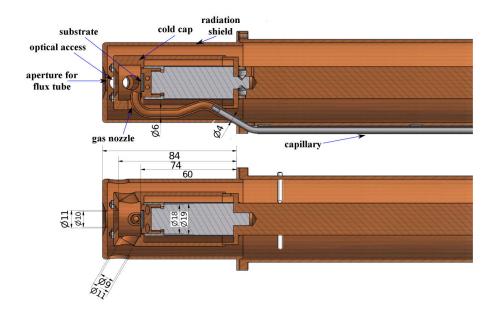


Abbildung 2.13: Querschnitt durch den Kaltfinger. Auf dem oberen Bild ist die Anordnung des HOPG-Substrats, der Kaltschilde, der Kapillare mit dem Duschkopf zur besseren Gasverteilung, sowie der Öffnungen für den Ellipsometrielaser zu sehen. Auf dem unteren Bild sind die einzelnen Komponenten mit ihren Abmessungen gezeigt. Abbildung aus [Ost08].

con Transpector 2) angebracht, der kontinuierlich das Restgas in der Vakuumkammer untersucht. In Abbildung 2.13 ist ein Querschnitt durch den Kaltkopf gezeigt, in dem die Positionen und Abmessungen der einzelnen Komponenten genauer erläutert werden.

#### 2.3.3 Aufbau an der CPS

Die CKrS soll später an der CPS an Pump Port P2 installiert werden (vgl. Abbildung 2.5). Die Situation an der CPS ist eine andere als an dem aktuellen Testaufbau. Bei dem Aufbau an der CPS wird die CKrS von oben in das System eingekoppelt und die CPS besitzt kein Fenster oder sonstige Öffnung, sodass der einzige Zugang von oben gegeben ist. Um die CKrS an der CPS betreiben zu können, müssen viele Bauteile der CKrS an die Situation an der CPS angepasst werden.

#### Substratbereich

Der Substratbereich des aktuellen Aufbaus würde die Elektronen parallel zum Kaltfinger emittieren. Da an der CPS nun die CKrS von oben in den Strahlengang geführt wird, muss der Kaltfinger um 90° geknickt sein, damit die Elektronen in den Strahlengang emittiert werden können. Der abgeknickte Teil ist nicht direkt Teil des Kaltfingers, sondern wird auf den Kaltfinger montiert und fungiert als Kaltschild. Das Kaltschild ist in

zwei Teile unterteilt, das innere und äußere Kaltschild.

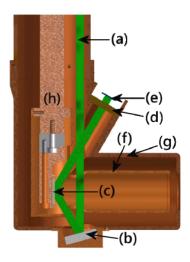


Abbildung 2.14: **Die neugestaltete Substratregion** enthält dieselben Komponenten wie der Testaufbau. Lediglich der dielektrische Spiegel (b) ist neu in der Anordnung. Die weiteren Komponenten sind der Ellipsometrielaser (a), das HOPG-Substrat (c), der feste Analysator (d), der Detektor (e), das innere (f) und äußere Kaltschild (g). Design [Bau13].

Diese beiden Kaltschilde werden analog zum Testaufbau mit der ersten bzw. zweiten Stufe des Kaltkopfes verbunden. Außerdem muss der Ellipsometrielaser von oben in das System eingekoppelt werden, da die CPS über kein Fenster verfügt. Der Laser wird dabei zwischen dem Kaltfinger und dem umgebenen Kupferschild geführt. Das neue Design des Kaltkopfs ist in Abbildung 2.14 zu sehen. Da der Laserstrahl nun von oben in das System eingekoppelt wird, muss der Laser nun über einen dielektrischen Spiegel auf das Substrat (20 × 20 mm² HOPG-Substrat) geleitet werden. Tests zur Ellipsemetrie mit einem Spiegel würden in [Spi11] durchgeführt. Der Analysator und Detektor sind, wie im vorigen Testaufbau, in den Kaltschild des Kaltfinger integriert, damit der reflektierte Strahl auf dem Weg zum Detektor nicht übermäßig defokussiert wird. Der Analysator und der Detektor werden dabei, wie bereits im Testaufbau überprüft wurde, auf eine Temperatur in der Größenordnung 40 K herunter gekühlt.

In Abbildung 2.14 ist die Kapillare nicht eingezeichnet. Sie soll auf der Rückseite des Kaltfingers zwischen selbigem und dem äußeren Kupferschild verlaufen. Zur Zeit ist geplant, dass die Kapillare am unteren Ende in zwei Teile aufgeteilt wird und dann das Gas von beiden Seiten an das Substrat herangebracht wird. Am Ende der Kapillare soll eine Art Duschkopf montiert werden, um das Gas besser auf dem Substrat zu verteilen. Die Lösung, die Kapillare in zwei kleine Kapillaren zu unterteilen, dient dazu, dass so die Kapillaren den Laserstrahl nicht verdecken und das Gas gleichmäßiger auf dem Substrat

verteilen können. Weitergehend besteht die Überlegung, einen Detektor auf der Rückseite des Kaltfingers zu befestigen, um den Elektronenfluss der WGTS überwachen zu können. Erste Tests zu diesem Detektor wurden in [Res11] durchgeführt. Um das Signal zu Rausch Verhältnis zu verbessern, muss der Vorverstärker nah an dem Detektor, also ebenfalls auf dem Kaltfinger, montiert werden.

#### Aufbau der CKrS an der CPS

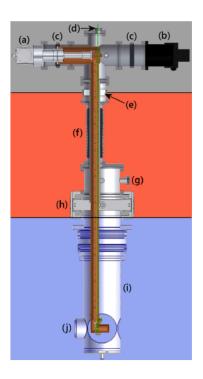


Abbildung 2.15: **Die CKrS an der CPS** und die Einteilung in drei Bereiche: der Kryound Pumpbereich (grau), der Ablationsbereich (rot) sowie der CPS-Bereich (blau). Die Beschreibung der einzelnen Bauteile (a)-(j) sind in unterstehendem Text zu finden. Design [Bau13].

Die Aufgabe an der CPS ist, die CKrS von oben auf die CPS zu montieren (vgl. Abbildung 2.5). In Abbildung 2.15 ist die geplante CKrS im Betriebsmodus zu sehen. Die neu geplante CKrS lässt sich in drei Bereiche unterteilen, die in Abbildung 2.15 mit den Farben grau, rot und blau eingezeichnet sind. Der Kyro- und Pumpbereich (grau) besteht aus dem Kaltkopf (a) sowie den Turbomolekularpumpen (b). Um die Vibrationen auf den restlichen Teil der Anlage zu verringern, sind sie jeweils mit einem Balg (c) von dem restlichen Aufbau entkoppelt. Da im späteren Betrieb eine Hochspannung angelegt werden soll, um die Konversionselektronen des <sup>83m</sup>Kr nach zu beschleunigen, ist der

Kryo- und Pumpenbereich von dem Ablationsbereich(rot) durch eine Keramikisolator (e) elektrisch isoliert. Der Balg (f) ermöglicht es, den Kaltfinger aus der Beamline in die Ablationskammer (g) zu heben. Insgesamt ist eine Bewegung über 120 cm möglich(vgl. [Bot12]). Die Ablationskammer lässt sich von der CPS mit Hilfe eines Schiebers (h) trennen. Dies ist nötig, damit bei der Ablation nicht die Beamline verunreinigt wird. Der Teil unterhalb des Schiebers wird als CPS-Bereich (blau) bezeichnet. Dieser Teil ist nicht mehr Teil der CKrS, da es sich um den Pumpport P2 (i) sowie der  $\beta^-$ - Elektronen Beamline (j) handelt. Die Beamline ist der spätere Arbeitsbereich der CKrS. Für die Spezifizierung der einzelnen Bauteile verweise ich auf [Bot12].

#### Bewegen der CKrS innerhalb der CPS

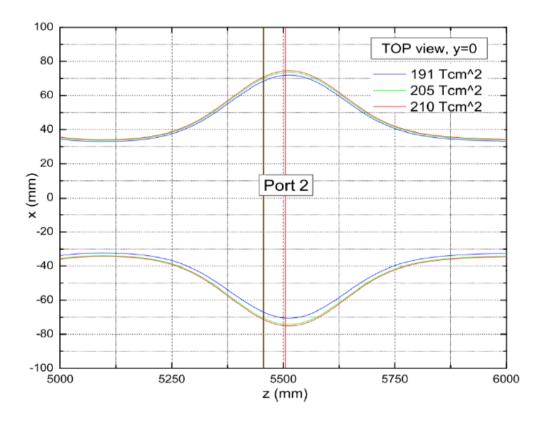


Abbildung 2.16: **Der Flussschlauch** in der Region um den Port P2 der CPS. Wenn alle Magneten des KATRIN-Experiments eingeschaltet sind, liegt ein Magnetfeld der Stärke von 191 T cm² vor. Bei dieser Magnetfeldstärke weitet sich der Flussschlauch unterhalb des Ports P2 auf ca. 15 cm auf. Weitergehend ist die Aufweitung für höhere Magnetfeldstärken eingezeichnet. Die x-Achse gibt die Position des Port P2 innerhalb der CPS an. Abbildung aus [Gil11].

Der Flussschlauch weitet sich aufgrund des Magnetfeldes in dem Bereich um den Port P2 auf (vgl. Abbildung 2.16). Dies hat den Vorteil, dass trotz des relative großen Substrats von  $20 \times 20 \,\mathrm{mm^2}$  eine gute Ortsauflösung erreicht werden kann. Der Nachteil an der Aufweitung besteht darin, dass um den gesamten Flussschlauch abdecken zu können, es nötig ist die CKrS innerhalb der CPS zu bewegen. Um den gesamten Flussschlauch abzudecken, ist es nötig, die CKrS um eine Strecke von 7 cm in alle Richtung um den Mittelpunkt des Flussschlauchs zu bewegen. Aus diesem Grund ist die CKrS auf einem System von Arbeitsplattform und Gestell angebracht. Diese Konstruktion (vgl. Abbildung 2.17) ermöglicht die nötige Beweglichkeit der CKrS und entkoppelt den Kaltkopf sowie die Turbomolekularpumpen von dem restlichen Aufbau. Die CKrS wird über Mo-

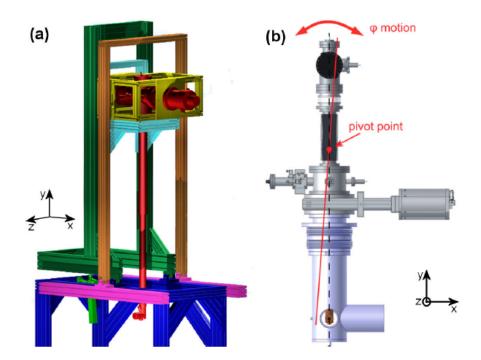


Abbildung 2.17: CAD-Zeichnung des Gestells und der CKrS (a) Der Kaltkopf und die Turbomolekularpumpe sind in der gelben Halterung fixiert. Die gelbe Halterung ist über den braunen Rahmen mit der Arbeitsplattform (rosa und blau) verbunden. Der restliche Aufbau der CKrS ist über die hellblaue und grüne Halterung mit der Arbeitsplattform verbunden. Durch die Balge sind die beiden Komponenten voneinander entkoppelt. In Abbildung (b) sind der Schwerpunkt und die Bewegungsrichtungen der CKrS eingezeichnet. Die CKrS wird so konstruiert sein, dass der Schwerpunkt der CKrS innerhalb des Balg liegen wird. Design von H. W. Ortjohann (a) und [Bau12] (b)

toren so beweglich sein, dass sie in y-Richtung bis in die Ablationskammer verfahren

werden kann. Um aber den gesamten Flussschlauch abfahren zu können, ist es nötig, dass die CKrS in x-Richtung um den Winkel  $\phi$  verkippt werden kann (vgl. Abbildung 2.17(b)).

Ein Testaufbau zur Steuerung der Motoren wurde in der Arbeit [Bot12] erfolgreich getestet. Nach dem Abschluss von weiteren Tests an dem Testaufbau der CKrS soll in Münster die CKrS in ihrem neuen Design aufgebaut werden und auf ihre Funktionsfähigkeit getestet werden. Nach dem Abschluss dieses Aufbaus und den erwähnten Tests wird die CKrS zum KIT geliefert und an der CPS montiert. Ein genauer Zeitplan kann zu diesem Zeitpunkt noch nicht benannt werden.

# 3 Theoretische Grundlagen der Ellipsometrie

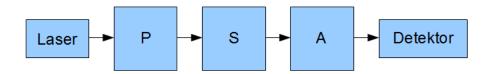


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung eines allgemeinen Ellipsomtrieaufbaus. Hintereinanderschaltung einer Lichtquelle Laser, eines polarisierenden Systems, einer Probe bzw. Substrat, einer Analysierebene und eines Detektors.

Ellipsometrie ist ein Messverfahren für optische Systeme, d.h. man erhält Informationen über ein System z.B. Struktur oder Filmbedeckung, indem man den Unterschied zwischen dem einfallenden und dem austretenden Strahl untersucht. Bei der Ellipsometrie werden die Unterschiede in den Polarisationszuständen der beiden Strahlen untersucht und mit Hilfe einer Transformationsvorschrift und der Theorie über elektromagnetische Wellen können aus der Änderung der Polarisation Informationen über die Probe gewonnen werden. Für ein nicht depolarisierendes System wird diese Transformationsvorschrift durch eine Jones-Matrix und für den Fall eines depolarisierenden Systems durch eine Müller-Matrix beschrieben.

Der grundlegende Aufbau für die Ellipsometrie (vgl. Abbildung 3.1) ist gegeben durch monochromatischen, kollimierten Laserstrahl, der als Lichtquelle dient. Dieser wird durch eine Anordnung optischer Komponenten in den gewünschten Polarisationszustand gebracht. Danach interagiert der präparierte Strahl mit der Probe, wodurch er seinen Polarisationszustand verändert. Nach der Interaktion mit der Probe wird der Strahl durch einen Analysator untersucht und der Polarisationszustand bestimmt. Abschließend wird der Strahl mit einem Photodetektor detektiert.

Der Polarisationszustand kann durch ein System auf drei verschiedene Arten verändert werden, was zu unterschiedlichen Analysen des transmittierten Strahls führt.

#### 1. Streuung

Streuung des Strahls kann dann auftreten, wenn das zu durchdringende Medium einen räumlich inhomogenen Brechungsindex besitzt. Durch die Streuung weitet sich der vorher gut kollimierte Strahl auf.

#### 2. Transmission

Bei der Transmission ändert sich die Polarisation kontinuierlich mit dem in der Probe zurückgelegten Weg. Die Voraussetzung für diese Änderung ist eine Anisotropie des Mediums. Diese Art der Ellipsometrie wird häufig in der physikalischen Chemie verwendet, um die molekulare Struktur einer Probe zu bestimmen.

#### 3. Reflexion oder Brechung

Bei diesem Verfahren ändert sich die Polarisation durch Reflexion an den Schichtgrenzen. Deshalb wird dieses Verfahren auch "Reflexions- oder Oberflächenellipsometrie" genannt. Trifft eine elektromagnetische Welle auf eine Grenzfläche zwischen zwei optisch unterschiedliche Medien, wird diese an der Grenzfläche reflektiert oder gebrochen. Dadurch ändert sich die Polarisation des Strahls abrupt, was auf den unterschiedlichen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten für sund p-polarisiertes Licht beruht (vgl. folgender Abschnitt). Diese Art der Ellipsometrie ist ein Standardverfahren, um optische Eigenschaften von Proben, wie z.B. Brechungsindex, zu bestimmen. Ebenfalls ist es möglich, das Schichtdickenwachstum für sehr dünne Filme, wie z.B. Oxidation, oder das Abtragen solcher Filme, wie z.B. Ablation, zu beobachten.

Das in diesem Kapitel beschriebene Verfahren zur Bestimmung der Schichtdicke von Filmen erfolgt über einen Null-Ellipsometrieaufbau in der PCSA-Anordung<sup>1</sup>, welcher die Schichtdicke über die Änderung der Reflexionskoeffizientenverhältnisse bestimmt. Es handelt sich somit um Reflexionsellipsometrie.

## 3.1 Polarisation von Licht

Sich ausbreitendes Licht kann als ebene elektromagnetische Welle beschrieben werden. Ist dabei das Medium, indem sich die Welle ausbreitet, isotrop, so bilden das elektrische Feld  $\vec{E}$ , das magnetische Feld  $\vec{B}$  und der Wellenvektor  $\vec{k}$  ein orthogonales System, d.h., sie stehen jeweils senkrecht zueinander. Der elektrische Feldvektor  $\vec{E}$  beschreibt dabei die Polarisation des Lichts.

Eine ebene polarisierte Welle, die sich in z-Richtung ausbreitet, kann allgemein geschrieben werden als

$$\vec{E}(z,t) = \tilde{E}_x \vec{e}_x e^{i(kz-\omega t)} + \tilde{E}_y \vec{e}_y e^{i(kz-\omega t)}$$
(3.1)

 $ilde{E}_x, ilde{E}_y$  komplexe Amplitude der Welle  $ilde{e}_x, ilde{e}_y$  Basisvektor  $\omega = 2\pi f$  Kreisfrequenz  $k = rac{2\pi}{\lambda}$  Wellenvektor.

Hierbei wurde ausgenutzt, dass sich jede ebene Welle als Überlagerung zweier orthogonaler Teilwellen auffassen lässt [Jac02]. Da zwischen Wellen mit unterschiedlicher Polarisation eine Phasendifferenz bestehen kann, können die Amplituden  $\tilde{E}_x$  und  $\tilde{E}_y$  im allgemeinen komplex sein und können geschrieben werden als

$$\tilde{E}_x = \varepsilon_x \cdot e^{i\delta_x} \tag{3.2}$$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>PCSA-Anordnung steht für die Reihenfolge der optischen Komponenten. Eine PCSA-Anordnung besteht aus Polarisator, Kompensator, Substrat und Analysator.

und

$$\tilde{E}_y = \varepsilon_y \cdot e^{i\delta_y}. \tag{3.3}$$

Für die Beschreibung von polarisiertem Licht sind die absoluten Phasen meist nicht von primärer Bedeutung, sondern eher die relative Phasendifferenz zwischen zwei Wellen. Ebenso verhält es sich mit den Amplituden der Wellen. Physikalische Informationen über die Wellen findet man somit bei der Betrachtung der relativen Phasendifferenz und dem relativen Amplitudenverhältnis der beiden Teilwellen. Aus diesem Grund betrachtet man nur den Realteil des elektrischen Feldes, da man die Intensität  $I = E(z,t) \cdot E^*(z,t)$  des Lichts detektieren kann. Der Realteil des elektrischen Feldes ist

$$\vec{\varepsilon}(z,t) = \varepsilon_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t) + \varepsilon_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t + \delta). \tag{3.4}$$

In Abhängigkeit der Phasendifferenz und des Amplitudenverhältnisses unterscheidet man drei verschiedene Arten von Polarisation. Diese sollen nun im Folgenden kurz erläutert werden.

#### • Linear polarisiertes Licht

Eine elektromagnetische Welle ist linear polarisiert, wenn die beiden Teilwellen in Phase schwingen. Dies ist der Fall, wenn die Phasendifferenz zwischen den beiden Teilwellen ein ganzzahliges Vielfaches von  $\pi$  ist

$$\delta = 0, \pm \pi, \pm 2\pi, \dots \tag{3.5}$$

Ist eine Welle linear polarisiert, so schwingt der Feldvektor  $\vec{\varepsilon}$  entlang einer Geraden in der xy-Ebene, wenn die Ausbreitungsrichtung die z-Richtung ist.

Trifft eine elektromagnetische Welle auf eine Grenzfläche und wird reflektiert, so entstehen zwei lineare Polarisationszustände. Es gibt einen parallel zur Einfallsebene liegenden Polarisationszustand, bei dem der Feldvektor parallel zur Einfallsebene schwingt und einen senkrecht zur Einfallsebene liegenden Polarisationszustand, bei dem der Feldvektor senkrecht zur Einfallsebene schwingt. Dementsprechend wird der parallele Fall p-polarisiertes Licht und der senkrechte Fall s-polarisiertes Licht genannt.

Im Folgenden soll ein rechtshändiges kartesisches Koordinatensystem gewählt sein, bei dem  $\vec{e}_x$  in der Einfallsebene liegt.

Die Welle wird in diesem Koordinatensystem s-polarisiert, wenn  $\varepsilon_x = 0$  ist.

$$\vec{\varepsilon}(z,t) = \varepsilon_y \vec{e}_y \cos(kz - \omega t) \tag{3.6}$$

Die Welle wird p-polarisiert, wenn entsprechend  $\varepsilon_y = 0$  ist.

$$\vec{\varepsilon}(z,t) = \varepsilon_x \vec{e}_x \cos(kz - \omega t) \tag{3.7}$$

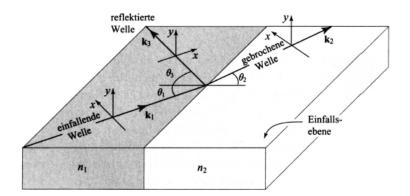


Abbildung 3.2: **Reflexion und Transmission von Licht an Grenzflächen**. Die einfallende Welle  $(k_1)$ , die unter dem Winkel  $\theta_1$  einfällt, wird an der Grenzfläche teilweise unter dem Winkel  $\theta_3$  reflektiert  $(k_3)$  und teilweise unter dem Winkel  $\theta_2$  transmittiert  $(k_2)$ . Der Brechungswinkel  $\theta_2$  kann mit dem Snellius Brechungsgesetz (Gleichung 3.10) berechnet werden. Abbildung aus [Sal08].

• Zirkular polarisiertes Licht Schwingen die Teilwellen mit einer Phasendifferenz von  $\frac{\pi}{2}$  oder einem ungeraden Vielfachem von  $\frac{\pi}{2}$  und die Amplituden der Teilwellen haben den gleichen Betrag  $\varepsilon_0 = \varepsilon_x = \varepsilon_y$  so spricht man von einer zirkular polarisierten Welle.

$$\delta = \pm \frac{\pi}{2}, \pm \frac{3\pi}{2}, \dots \tag{3.8}$$

In diesem Fall gilt für den elektrischen Feldvektor

$$\vec{\varepsilon}(z,t) = \varepsilon_0(\vec{e}_x \cos(kz - \omega t) \pm \vec{e}_y \sin(kz - \omega t)). \tag{3.9}$$

"+" für  $\delta=+\frac{\pi}{2}$  gültig. Die Welle ist rechts-zirkular polarisiert. "-" für  $\delta=-\frac{\pi}{2}$  gültig. Die Welle ist links-zirkular polarisiert.

• Elliptisch polarisiertes Licht Für jeden erdenklichen anderen Fall ist das Licht elliptisch polarisiert.

# 3.2 Licht an Grenzflächen

Wenn eine monochromatische ebene Welle auf eine Grenzfläche zwischen zwei Medien fällt, wird ein Teil des einfallenden Strahls reflektiert und der andere Teil gebrochen und transmittiert. Dabei müssen die beiden Medien folgende Voraussetzungen erfüllen:

• Das Medium muss dieelektrisch isotrop sein.

- Das Medium darf nicht verlustbehaftet sein.
- Das Medium darf nicht magnetisch sein.

Wenn diese Voraussetzungen erfüllt sind und der Einfallswinkel  $\theta_1$  gleich dem Ausfallwinkel  $\theta_3$  ist und der Brechungswinkel und der Einfallswinkel dem Snellius Brechungsgesetz folgen [Sal08]

$$n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2),\tag{3.10}$$

fallen die Wellenfronten an der Grenzfläche zusammen (vgl. Abbildung 3.2).

### 3.2.1 Jones-Vektoren und Jones-Matrix

Für so eine Welle, wie im letzten Kapitel beschrieben, lassen sich die Amplituden durch die nachfolgenden Jones-Vektoren beschreiben [Azz77].

$$\vec{J}_1 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,1} \\ \tilde{E}_{y,1} \end{bmatrix} \qquad \vec{J}_2 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,2} \\ \tilde{E}_{y,2} \end{bmatrix} \qquad \vec{J}_3 = \begin{bmatrix} \tilde{E}_{x,3} \\ \tilde{E}_{y,3} \end{bmatrix}$$
(3.11)

Dabei lassen sich die Beziehungen zwischen  $\vec{J_1}$  und  $\vec{J_2}$  sowie zwischen  $\vec{J_1}$  und  $\vec{J_3}$  durch sogenannte  $2 \times 2$ -Jones-Matrizen ausdrücken. Diese Matrizen werden mit  $\mathbf{t}$  und  $\mathbf{r}$  für Transmission und Reflexion der Welle bezeichnet. Es gilt folgende Beziehung

$$\vec{J_2} = \mathbf{t} \cdot \vec{J_1} \tag{3.12}$$

$$\vec{J_3} = \mathbf{r} \cdot \vec{J_1}.\tag{3.13}$$

Die Elemente der Matrizen können durch die Stetigkeitsbedinungen an der Grenzfläche, wie sie in der elektromagnetischen Theorie beschrieben werden, gefunden werden. In der Theorie wird gefordert, dass die Normalkomponenten von  $\vec{D}$  und  $\vec{B}$  und die Tangentialkomponenten von  $\vec{E}$  und  $\vec{H}$  an der Grenzfläche der beiden Medien stetig sein müssen [Jac02].

Es kann gezeigt werden, dass eine s-polarisierte und eine p-polarisierte Teilwelle diese Stetigkeitsbedingung unabhängig voneinander erfüllen. Sie werden daher auch Normalmoden des Systems genannt.

Daraus folgt, dass die beiden Matrizen  ${\bf t}$  und  ${\bf r}$  Diagonalmatrizen sind und sich schreiben lassen als

$$\mathbf{t} = \begin{bmatrix} t_x & 0\\ 0 & t_y \end{bmatrix} \tag{3.14}$$

$$\mathbf{r} = \begin{bmatrix} r_x & 0\\ 0 & r_y \end{bmatrix}. \tag{3.15}$$

Dabei gilt weitergehend

$$\tilde{E}_{x,2} = t_x \cdot \tilde{E}_{x,1} \qquad \tilde{E}_{y,2} = t_y \cdot \tilde{E}_{y,1}$$
 (3.16)

$$\tilde{E}_{x,3} = r_x \cdot \tilde{E}_{x,1} \qquad \tilde{E}_{y,3} = r_y \cdot \tilde{E}_{y,1}.$$
 (3.17)

Die Transmissionskoeffizienten  $t_x$  und  $t_y$  sowie die Reflexionskoeffizienten  $r_x$  und  $r_y$  sind dabei im Allgemeinen komplex. Sie lassen sich mit Hilfe der Stetigkeitsbedingung ausrechnen zu [Azz77]

$$r_p = r_x = \frac{n_2 \cos(\theta_1) - n_1 \cos(\theta_2)}{n_2 \cos(\theta_1) + n_1 \cos(\theta_2)}$$
(3.18)

$$t_p = t_x = (1 + r_p) \frac{\cos(\theta_1)}{\cos(\theta_2)}$$
(3.19)

$$r_s = r_y = \frac{n_1 \cos(\theta_1) - n_2 \cos(\theta_2)}{n_1 \cos(\theta_1) + n_2 \cos(\theta_2)}$$
(3.20)

$$t_s = t_y = 1 + r_s. (3.21)$$

Diese Gleichung sind auch als Fresnelgleichungen bekannt und die Koeffizienten werden dementsprechend auch als Fresnelkoeffizienten bezeichnet.

Den Winkel  $\theta_2$ , der benötigt wird, um die Koeffizienten zu bestimmen, erhält man mit dem bekannten Einfallswinkel und den beiden Brechungsindizes  $n_1$  und  $n_2$  aus dem Snellius Brechungsgesetz.

$$\cos(\theta_2) = \sqrt{1 - \sin^2(\theta_2)} = \sqrt{1 - (\frac{n_1}{n_2})^2 \sin^2(\theta_1)}$$
 (3.22)

Da die Fresnelkoeffizienten im Allgemeinen, wie bereits weiter oben beschrieben, komplex sein können, lassen sich die Koeffizienten als Produkt aus Amplitude und Phasenterm schreiben.

$$r_p = |r_p| \cdot e^{i\delta_p} \tag{3.23}$$

$$r_s = |r_s| \cdot e^{i\delta_s} \tag{3.24}$$

# 3.3 Schichtdickenbestimmung mit Reflexionsellipsometrie

Die Schichtdickenbestimmung soll examplarisch an einem 3-Schichtsystem gezeigt werden, da auch in dem Fall der Ellipsometrie an der kondensierten Kryptonquelle ein 3-Schichtsystem vorliegt. Das 3-Schichtsystem besteht aus Vakuum (0), einem dünnen endlichen Film (1) und einem Substrat (2), die als homogene und optische isotrope Medien angenommen werden. Die Medien besitzen jeweils einen komplexen Brechungsindex  $N_0, N_1, N_2$  (vgl. Abbildung 3.3).

Um die Dicke d des Films zu bestimmen, misst man die Polarisationsänderung, die durch Vielstrahlinterferenz in Abhängigkeit der Dicke entsteht. Die Änderung der Polarisation ist in der Phasendifferenz der reflektierten Strahlen begründet.

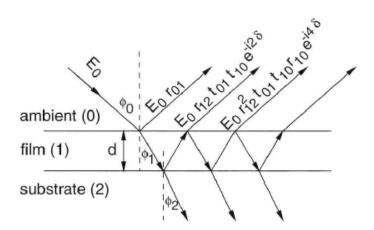


Abbildung 3.3: Reflexion und Transmission einer ebenen Welle an einem 3-Schicht-System. Eingezeichnete Parameter sind die Filmdicke d, der Einfallswinkel  $\phi_0$ , der Brechungswinkel  $\phi_1$  für die Ausbreitung im Film, sowie der Brechungswinkel  $\phi_2$  für die Ausbreitung im Substrat, die Phase  $\delta$  und die komplexen Fresnelkoeffizienten für die Reflexion und Transmission  $r_{01}$ ,  $r_{10}$ ,  $r_{12}$ ,  $t_{01}$ ,  $t_{10}$ . Abbildung aus [Azz77].

Trifft eine ebene Welle mit der Amplitude  $E_0$  unter dem Winkel  $\Phi_0$  auf eine Grenzfläche (01) zwischen zwei homogene und optisch isotrope Medien, wird ein Teilstrahl mit dem Reflexionskoeffizienten  $r_{01}$  reflektiert und der übrige Teil mit dem Transmissionskoeffizienten  $t_{01}$  unter dem Brechungswinkel  $\Phi_1$  transmittiert. Für diesen Brechungswinkel gilt

$$\Phi_1 = \arctan(\frac{N_0}{N_1})\sin(\Phi_0). \tag{3.25}$$

Dieser transmittierte Strahl durchläuft die oben beschriebene Prozedur an der Grenzfläche (12) zwischen dem Medium und Substrat erneut. Auch hier wird eine Teilwelle transmittiert, was im Fall des Substrats mit der Absorption des Strahls gleichzusetzen ist. Der reflektierte Strahl besitzt die Amplitude  $E_0t_{01}r_{12}$ . Dieser reflektierte Strahl wird erneut an der Grenzfläche (01) teilweise reflektiert und teilweise transmittiert. Dieser transmittierte Teilstrahl besitzt eine Amplitude von  $E_0t_{01}r_{12}t_{01}$  und überlagert sich mit dem ersten reflektierten Strahl, dabei besitzen die beiden Strahlen eine Phasendifferenz von  $\delta$ . Diese Phasendifferenz liegt an dem Gangunterschied der Welle im Vakuum (0) und dem Film (1)(vgl. Abbildung 3.3). Diese Phasendifferenz wird durch einen Phasenfaktor  $e^{-i2\delta}$  beschrieben und hat einen optischen Gangunterschied von

$$\Delta s = 2N_1 l 1 - N_0 l_0 \tag{3.26}$$

zur Folge. Dabei sind die Wegstrecken im Vakuum  $l_0$  und im Film  $l_1$  beschrieben durch

$$l_1 = \frac{d}{\cos(\Phi_1)} \tag{3.27}$$

$$l_0 = 2d \tan(\Phi_1) \sin(\Phi_0)$$
  
=  $2d \frac{N_1}{N_0} \sin(\Phi_1)$  (3.28)

Damit lässt sich der Gangunterschied schreiben als

$$\Delta s = 2dN_1 \cos(\Phi_1) \tag{3.29}$$

und die Änderung der Phasendifferenz als

$$\delta = \frac{2\pi}{\lambda} dN_1 \cos(\Phi_1) = \frac{2\pi}{\lambda} d\sqrt{N_1^2 - N_0^2 \sin^2(\Phi_0)}$$
 (3.30)

Aus der Konvention ergibt sich, dass der Phasenwinkel  $\delta$  nur dem halben Gangunterschied  $\Delta s$  entspricht. Dies wird im Phasenfaktor mit einem zusätzlichen Faktor von 2 berücksichtigt.

Wenn man nun alle reflektierten Teilstrahlen, die das Medium wieder verlassen, zusammennimmt, erhält man für den gesamten komplexen Reflexionskoeffizienten für die Amplituden

$$R = r_{01} + t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i2\delta} + t_{01}t_{10}r_{10}r_{12}^2e^{-i4\delta} + t_{01}t_{10}r_{10}^2r_{12}^3e^{-i6\delta} + \dots (3.31)$$

Dies ist eine unendliche geometrische Reihe für die man, falls |q|<1 gilt, folgende Näherung annehmen kann

$$\sum_{k=0}^{\infty} a_0 q^k = \lim_{n \to \infty} \sum_{k=0}^{n} a_0 q^k 
= \lim_{\substack{n \to \infty \\ = \frac{a_0}{1-q}}} a_0 \frac{1-q^{n+1}}{1-q} 
= \frac{a_0}{1-q}$$
(3.32)

In dieser Näherung ergibt sich für den komplexen Amplitudenreflexionskoeffizienten

$$R = r_{01} + \frac{t_{01}t_{10}r_{12}e^{-i2\delta}}{1 - r_{10}r_{12}e^{-i2\delta}}. (3.33)$$

Mit folgender Beziehung aus [Azz77]

$$\begin{array}{ll}
 r_{01} & = -r_{10} \\
 t_{01}t_{10} & = 1 - r_{01}^2
 \end{array} 
 \tag{3.34}$$

kann dieser weiter vereinfacht werden zu

$$R = \frac{r_{01} + r_{12}e^{-} - i2\delta}{1 + r_{10}r_{12}e^{-i2\delta}}. (3.35)$$

In der bisherigen Betrachtung geht man von einer ebenen Welle aus, da die Gleichungen für sowohl eine p- als auch für eine s-polarisierte Welle gültig sind. Schreibt man die Beziehung für den Amplitudenreflexionskoeffizienten für p- und für s-polarisiertes Wellen, auf haben sie diese Form

$$R_p = \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10p}r_{12p}e^{-i2\delta}}$$
(3.36)

und

$$R_s = \frac{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10s}r_{12s}e^{-i2\delta}}. (3.37)$$

Die komplexen Reflexionskoeffizienten lassen sich als Funktion der absoluten Amplitude und der Phasenbeziehung schreiben

$$R_p = |R_p|e^{i\delta R_p} R_s = |R_s|e^{i\delta R_s}.$$
(3.38)

Daraus wird deutlich, dass sich die gesamten Reflexionskoeffizienten für p- und s-polarisiertes Licht voneinander unterscheiden, da die Fresnelkoeffizienten für die Transmission und Reflexion für p- und s-polarisiertes Licht unterschiedlich definiert sind.

Im Experiment wird das Verhältnis aus dem Polarisationsverhältnis von einfallendem und ausfallendem Lichtstrahl bestimmt

$$\rho = \frac{R_p}{R_s} 
= \frac{r_{01p} + r_{12p}e^{-i2\delta}}{1 + r_{10p}r_{12p}e^{-i2\delta}} \cdot \frac{1 + r_{10s}r_{12s}e^{-i2\delta}}{r_{01s} + r_{12s}e^{-i2\delta}}$$
(3.39)

und kann als komplexe Zahl

$$\rho = \tan(\Psi)e^{i\Delta} \tag{3.40}$$

parametrisiert werden. Dabei ist

$$\Psi = \arctan(\frac{|R_p|}{|R_s|}) \tag{3.41}$$

die unterschiedliche Änderung der Amplitude für p- und s-polarisiertes Licht und

$$\Delta = \delta_{R_n} - \delta_{R_s} \tag{3.42}$$

die unterschiedliche Phasenverschiebung.

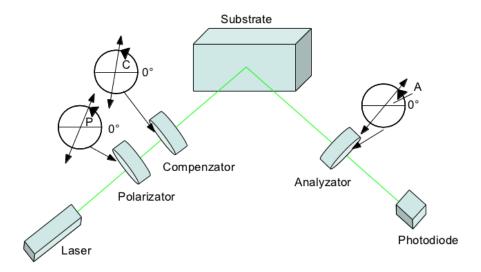


Abbildung 3.4: Schematischer Aufbau einer PCSA-Ellipsometrie. Die Anordnung besteht aus einem Polarisator, einem Kompensator (eng. Compenzator,  $\lambda/4$  Plättchen), dem optischen Substrat und einem Analysator (Polarisator zum Analysieren der Polarisation)

# 3.4 PCSA-Ellipsometrie

Die Bestimmung des komplexen Reflexionskoeffizienten  $\rho$  soll nun exemplarisch für Nullellipsometrie in PCSA-Anordnung gezeigt werden, da diese Anordnung auch im späteren Experiment verwendet wird (vgl. Abbildung 3.4).

Bei der Nullellipsometrie wird ein Laserstrahl mit Hilfe eines Polarisators und eines Kompensators ( $\lambda/4$ -Plättchen) so präpariert, dass er nach der Reflexion am Substrat linear polarisiert ist und mit einem Analysator ausgelöscht werden werden kann.

Damit man nachvollziehen kann, wie sich die Polarisationszustände bei dem Durchgang durch die optischen Komponenten ändern, ist es übersichtlicher, den Laserstrahl als Jones-Vektor und die optischen Komponenten als Jones-Matrizen zu beschreiben [Azz77].

Die optischen Komponenten werden als ideal angenommen. Die Jones-Matrizen in dem

Koordinatensystem der optischen Komponenten lautet dann

Linear  
polarisator: 
$$T_{LP}^{te} = K_{LP} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix}$$
  
Kompensator:  $T_C^{fs} = K_C \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \rho_C \end{bmatrix}$  (3.43)  
Substrat:  $T_S^{xy} = \begin{bmatrix} V_{ex} & 0 \\ 0 & V_{ey} \end{bmatrix}$ .

Dabei sind die Basen die Eigenpolarisationszustände der optischen Komponenten. Für den Polarisator ist dies die Transmissions- und die Extinktionsachse, für den Kompensator die schnelle (fast) und langsame (slow) Achse und für das Substrat als x-Achse die Einfallsebene und als y-Achse die dazu senkrechte Ebene. Die in der Gleichung aufgeführten Konstanten  $K_{LP}$  und  $K_C$  berücksichtigen die Phasenverschiebung und die Amplitudenabschwächung bei der Transmission durch das optische Bauteil, welche für beide Eigenzustände gleich ist.  $V_{ex}$  und  $V_{ey}$  sind die zu den Eigenzuständen gehörigen Eigenwerte bei der Reflexion an dem Substrat.

Alle nacheinander durchlaufenden optischen Komponenten (vgl. Abbildung 3.4) lassen sich durch eine resultierende Matrix beschreiben. Dazu werden die einzelnen Matrizen miteinander multipliziert und jeweils mit der passenden Rotationsmatrix in das Eigenpolarisations-Koordinatensystem der nächsten Komponente überführt. Für das resultierende detektierbare Signal ergibt sich nach [Azz77]

$$\mathcal{L}_D = \text{const.} \cdot |L|^2 \tag{3.44}$$

 $_{
m mit}$ 

$$L = V_{ex}\cos(A)[\cos(C)\cos(P-C) - \rho_C\sin(C)\sin(P-C)] + V_{ey}\sin(A)[\sin(C)\cos(P-C) + \rho_C\cos(C)\sin(P-C)].$$
(3.45)

Damit hängt das detektierte Signal von den genauen Positionen von P, C und A sowie von  $\rho_C$  des Kompensators und den komplexen Eigenwerten  $V_{ex}$  und  $V_{ey}$  des Substrats ab

$$\mathcal{L}_D = \mathcal{L}_D(P, C, A, \rho_C, V_{ex}, V_{ey}) \tag{3.46}$$

Unter idealen Voraussetzungen sollte die Konfiguration von P, C und A für die minimale Intensität am Detektor der Auslöschung des Lichts entsprechen. Dies bedeutet, dass

$$\mathcal{L}_D = 0 \tag{3.47}$$

ist und mit Gleichung 3.44 folgt

$$L = 0. (3.48)$$

Damit und mit Gleichung 3.45 lässt sich das Verhältnis der Eigenwerte des optischen Systems  $\rho_S$  formulieren als

$$\rho_S = \frac{V_{ex}}{V_{ey}} 
= -\tan(A) \frac{\tan(C) + \rho_C \tan(P - C)}{1 - \rho_C \tan(C) \tan(P - C)}$$
(3.49)

Da der Kompensator ein  $\lambda/4$ -Plättchen mit einer festen Phasenverschiebung von  $\delta_C = -\pi/2$  zwischen schneller und langsamer Achse ist, gilt für  $\rho_C$ 

$$\rho_C = T_C \cdot e^{i\delta_C} = -i. \tag{3.50}$$

Ist nun der Kompensator so montiert, dass seine schnelle Achse in einem Winkel von  $\pm \pi/4$  zur Einfallsebene steht, vereinfacht sich das komplexe Reflexionsverhältnis zu

$$\rho_S = \mp \tan(A) \cdot e^{\mp 2i(P \mp \pi/4)} \qquad \text{für } C = \pm \pi/4 \tag{3.51}$$

Somit gibt es zwei Paare von (P,A) die das Licht auslöschen können, sowie die Paare mit modulo  $\pi$ 

$$(P', A') = (P + \frac{\pi}{2}, \pi - A) \tag{3.52}$$

# 3.4.1 Ellipsometrie mit festem Analysator und rotierendem Kompensator

Im späteren Aufbau an der CPS besteht keine Möglichkeit, den Strahl nach der Reflexion an dem HOPG in einer Wegstrecke, die den Strahl nicht zu weit aufweitet, wieder aus der CPS zu führen. Außerdem ist es sehr schwierig, den Analysator im Vakuum und Magnetfeld zu drehen. Die Lösung bestand darin, Ellipsometrie mit festem Analysator und rotierbarem Kompensator zu betreiben [Bau12]. An der Theorie ändert diese Tatsache, dass nun der Analysator fixiert wird und der Kompensator gedreht wird, nichts. Allerdings wird durch die Fixierung des Analysators der Intensitätsverlauf bei der Variation von Polarisator und Kompensator deutlich flacher. Wie später in Kapitel 5.2 gezeigt werden wird, fixiert man mit dem Analysator die Komponente, die den stärksten Einfluss auf den Verlauf der Intensität hat. Dies hat zur Folge, dass die Bestimmung des Minimums erschwert wird und somit auch die Techniken zu der Bestimmung dieses Minimums überprüft werden müssen. Der Aufbau dieser Art von Ellipsometrie soll nun im folgenden Kapitel erläutert werden.

4 Experimenteller Aufbau der Ellipsometrie

# 4.1 Der Ellipsometrieaufbau

Der Aufbau ist ein Nullellipsometrieaufbau in PCSA-Anordnung mit rotierbarem Kompensator und festem Analysator wie er in Abschnitt 3.4.1 beschrieben wurde und in Abbildung 4.1 zu sehen ist.

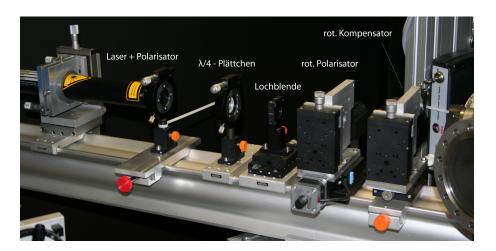


Abbildung 4.1: Der Ellipsometrieaufbau wie er im IKP Münster benutzt wird. Er besteht aus einem HeNe Laser mit einer Wellenlänge von 543,5 nm, einem Polarisator zur höheren Güte der Polarisation des Laserstrahls, einem  $\lambda/4$ -Plättchen, um den Laserstrahl zirkular zu polarisieren, einer Lochblende, um Reflexe aus dem Strahlengang zu filtern, sowie den rotierbaren Polarisator und Kompensator, mit denen der Polarisationszustand des Lasers eingestellt wird. Auf der Abbildung nicht zu sehen sind das HOPG-Substrat, der feste Analysator sowie der Detektor.

Als Lichtquelle dient ein HeNe-Laser mit einer Wellenlänge von 543,5 nm, welcher mit einem nachstehenden Polarisator senkrecht zur optischen Bank polarisiert ist. Der Laserstrahl wird durch ein  $\lambda/4$ -Plättchen zirkular polarisiert, damit er durch einen nachstehenden Polarisator in jede Richtung polarisiert werden kann. Mit Hilfe der Anordnung aus rotierbarem Polarisator und Kompensator ( $\lambda/4$ -Plättchen) kann jede Konfiguration von elliptisch polarisiertem Licht eingestellt werden. Dieses elliptisch polarisierte Licht trifft auf das HOPG-Substrat (eine ausführliche Beschreibung befindet sich im folgenden Unterkapitel) an dem der Laserstrahl auf den Analysator reflektiert wird. Abgeschlossen wird der Aufbau durch den Detektor, welcher aus einer Si-PIN Diode besteht. Der Polarisator und Kompensator werden mit Hilfe von motorisierten Präzisionsdrehtischen bewegt (Physik Instrumente M-60.DG [PIM60]), deren Position mit dem Computer angefahren und ausgelesen werden können.

#### 4.1.1 Das HOPG-Substrat

Das Kernstück des Ellipsometrieaufbaus ist das Highly Ordered Pyrolytic Graphite (HOPG)-Substrat. Das HOPG-Substrat ist vorne auf einem Kaltkopf montiert (vgl. Abbilding 4.2). Graphit besteht aus sich überlagernden Schichten, die aus Sechsecken aufgebaut sind. Die Schichten werden durch die schwachen Van-de-Waals-Kräfte zusammengehalten. Dies hat zur Folge, dass sich der Kristall entlang dieser Ebenen sehr leicht spalten lässt. Die einzelnen Schichten sind jeweils um ein halbes Sechseck versetzt geschichtet (vgl. Abbildung 4.3), was zu einer Stabelfolge ABAB. führt. Die Achse senkrecht zu den Ebenen wird auch c-Achse genannt. Die Gitterkonstante in der Ebene beträgt 2,46 Å und ein Gitterabstand entlang der c-Achse von 3,354 Å. Natürlich



Abbildung 4.2: **Bild des HOPG-Substrat** wie es in dem Aufbau in Münster auf dem Kaltkopf montiert ist. Weitergehend sind auch die beiden Stufen des Kaltkopfes eingezeichnet.

vorkommende Graphitkristalle sind meist sehr klein, sodass man auf Polykristalle zurückgreift. Dieser Polykristall ist atomar flach und besitzt eine Korngröße von 3-10 mm und einen Mosaikwinkel von  $0,4^{\circ}\pm0,1^{\circ}$  für die höchste Qualität (SPI Typ SPI-1 [SPI]). Der Mosaikwinkel gibt den Winkel zwischen den einzelnen c-Achsen der einzelnen Kristalle untereinander an.

Graphit ist ein optisch anisotropes Medium, da es ein uniaxialer Kristall ist. Ein anisotropes Medium kann durch einen sogenannten "Indexellipsoid" beschrieben werden.

$$\frac{x^2}{n_1^2} + \frac{y^2}{n_2^2} + \frac{z^2}{n_3^2} = 1 \tag{4.1}$$

Mit dieser Beschreibung können Eigenpolarisationszustände und die damit verbundenen Brechungsindizes bestimmt werden [Sal08]. Im Fall eines uniaxialen Kristalls ist  $n_1 = n_2 = n_0$  und  $n_3 = n_e$ , sodass der Indexellipsoid ein Rotationsellisoid ist. Alternativ kann der Graphitkristall auch als "isotrop gleiches" Medium beschrieben werden und der anisotrope Ausdruck für  $n_0$  wird mit dem Brechungsindex für die Reflexion an der Oberfläche gleichgesetzt [Vol89]. Für eine genauere Beschreibung dieser Ansätze möchte ich auf [Weg10] verweisen, in der diese Berechnungen ausführlich gezeigt werden.

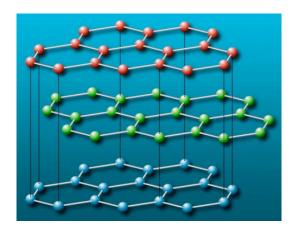


Abbildung 4.3: **Struktur von HOPG**. Auf der Abbildung sind die aus Sechsecken aufgebauten Graphen-Ebenen und der Versatz der einzelnen Ebenen zu erkennen. Abbildung aus [Ost08].

# 4.2 Der Ablationsaufbau

Der Ablationslaser dient der Reinigung des Substrats. Er wird in Kombination mit einem in dem Substrathalter eingebauten Heizwiderstand betrieben, um die aufgefrorenen Filme von dem HOPG-Substrat zu entfernen. Durch den Laserpuls werden die aufgefrorenen Moleküle zu schnellen Bewegungen angeregt, so dass die Bindung mit dem Substrat gelöst wird.

Der Laser, der zur Ablation verwendet wird, ist in Abbildung 4.4 gezeigt. Er besteht aus einem Q-switched gepulster Neodymium-doped Yttrium Aluminium Garnet (Nd:YAG) Laser mit einer Wellenlänge von 1064 nm und einer Energie pro Puls von 360 mJ/Puls. Die Pulslänge beträgt 5 ns. Der Laser ist von der Firma Quantel vom Typ Brilliant und wurde bereits in [Bot12] spezifiziert.

Nach dem Lasermodul schließt sich nahtlos das "second harmonic generator" (SHG) Modul an. Es ist ein Frequenzverdoppler, der die Wellenlänge des Lasers auf 532 nm halbiert. Dabei wird die Energie/Puls auf 180 mJ/Puls reduziert. Für weitere Informationen zu dem SHG-Modul verweise ich, wie bereits im vorangegangenen Bauteil, auf [Bot12] sowie auf [Qua08].

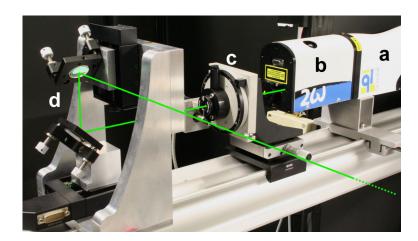


Abbildung 4.4: **Laserablationsaufbau** bestehend aus einem gepulsten Nd:YAG Laser (a) mit einem second harmonics generator Modul (b) und einem Glan Laser Polarisator (c). Anschließend wird der Laser durch motorisierte Spiegel(d) auf das Substrat geleitet und mit einem Homogenisierer aufzuweiten (nicht abgebildet). Abbildung aus [Bot12].

Der Glan-Laser-Polarisator (vgl. Abbildung 4.5) teilt den Strahl in zwei Teilstrahlen, den ordentlichen und den außerordentlichen Strahl, auf. Die Energien der einzelnen Strahlen ist dabei von dem Winkel des Polarisators zur optischen Achse abhängig. Diese Außspaltung erfolgt mit Hilfe eines Glan-Thompson Polarisators (doppelbrechender Kristall) [Mur11] und [Bot12]. Der Beamdump ist so montiert, dass der außerordentliche Strahl in den Beamdump geleitet wird und nur der ordentliche Strahl den Glan-Laser-Polarisator verlassen kann. Als Beamdump wird eine eloxierte Schraube verwendet, die durch mehrfache Reflexion des Strahls diesen defokussiert. Durch die Spitze an der Schraube wird sichergestellt, dass der Strahl den Beamdump nicht wieder verlassen kann. Für die Spezifizierung des Glan Laser Polarisators und des Beamdumps verweise ich auf [Bot12].

Die Laserspiegel dienten bei dem vorangegangenen Aufbau zur Bewegung des Laserstrahls über das Substrat und wurden mit einem LabVIEW Vi angesteuert (vgl. [Bot12]). Im aktuellen Setup dienen die Spiegel nur noch der Ablenkung des Laserstrahls auf das Substrat und werden aus diesem Grund hier nicht weiter behandelt.

Zwischen den Laserspiegeln und dem HOPG-Substrat wird nun ein Strahlhomogenesierer aufgestellt, der den Laserstrahl auf einen Spot mit ca. 2 cm Durchmesser aufweitet, so dass das gesamte Substrat getroffen wird, ohne den Laserstrahl verfahren zu müssen. Dies hat zwei Vorteile gegenüber der Rasterung des Substrats. Erstens muss der Strahl nicht mehr bewegt werden, was den Aufbau vereinfacht, und zweitens wird die Energie pro Puls auf eine größere Flache verteilt, so dass das gesamte Substrat getroffen wird und die Wahrscheinlichkeit der Rekondensierung auf dem Substrat verringert wird. Ebenso sinkt auch die Gefahr, das Substrat mit einer zu hohen Leistung zu beschädigen, da nun

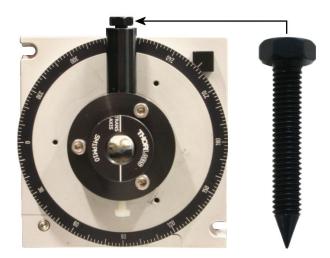


Abbildung 4.5: **Glan Laser Polarisator mit Beamdump**. Mit dem Glan-Laser-Polarisator lässt sich die Energie des Laserpulses einstellen. Dies geschieht über den eingestellten Winkel des Polarisators. Der Strahl wird in einen ordentlichen und außerordentlichen Strahl aufgeteilt. Der außerordentliche Strahl wird dann in den Beamdump geleitet. Abbildung aus [Bot12].

die volle Leistung des Lasers (181 mW/cm<sup>2</sup>) unter der Zerstörschwelle des Substrats (ca. 260 mW/cm<sup>2</sup> [Rei92]) liegt und somit auch bei einer Fehleinstellung das Substrat nicht beschädigt wird.

# 4.3 Analyse Software

# 4.3.1 LabVIEW-Programm zur interativen Minima-Suche

In dem Abschnitt 3.4.1 wurde verdeutlicht, dass bei jeder Schichtdicke d die Intensität, die von den Einstellungen des Polarisators und des Kompensators abhängig ist, ausgelöscht werden kann. Diese Auslöschung der Intensität wird durch einen iterativen Prozess bestimmt, bei dem die Stellung des Polarisators P und die des Kompensators C verändert werden. In Abbildung 4.6 ist der Intensitätsverlauf um das Minimum dargestellt und es ist zu erkennen, dass die Intensität von der Stellung des Polarisators und des Kompensators abhängig ist. Es ist außerdem zu erkennen, dass der Intensitätsverlauf um das Minimum nicht symmetrisch ist.

Um nun das absolute Minimum zu bestimmen, werden folgende Arbeitsschritte durchgeführt:

• Als erstes wird ein sehr grober Bereich abgerastert und der Intensitätsverlauf aufgezeichnet. Dies wird z.B. zuerst für den Polarisator durchgeführt und anschließend

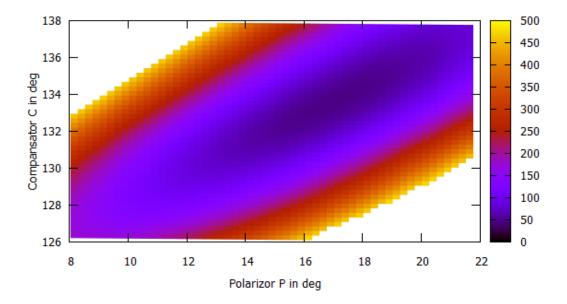


Abbildung 4.6: Intensitätsverlauf einer Abrasterungsmessung von Polarisator P und Kompensator C um das Minimum. Zu sehen ist der asymmetrische und flache Verlauf um das Minimum für eine Schicht. Durch die Farbskala ist die Intensität dargestellt. Diese wurde zur besseren Verdeutlichung auf eine maximale Intensität von 500 in willkürlicher Einheit begrenzt. Bereiche mit einer höheren Intensität werden weiß dargestellt.

für den Kompensator. Für die Rasterung des Kompensators wird in diesem Fall der Polarisator in das zuvor gefundene Minimum gefahren. Dadurch kann man ein relativ unpräzises Minimum finden.

• Im zweiten Schritt wird nun iterativ der Rasterungsbereich immer weiter verkleinert und mit einer kleineren Schrittweite gerastert. Dabei werden der Polarisator und Kompensator jeweils auf die Stellung des zuvor gefundenen Minimums gefahren. Um dieses Minimum zu bestimmen, werden die jeweiligen Intensitätsverläufe mit einer Parabel angefittet. Dieser Vorgang wird so häufig wiederholt bis eine der eingestellten Abbruchbedingungen erfüllt ist. Diese Abbruchbedingung ist entweder die Konvergenz von den Werten P und C oder eine eingestellte Anzahl an Iterationen (typischer Wert 12).

Diese Schritte werden automatisch durch ein LabVIEW Vi mit Namen "Elli.vi" durchgeführt. Dieses Programm wurde im Rahmen der Diplomarbeit von Anne Wegmann geschrieben und soll an dieser Stelle nur schematisch dargestellt werden (vgl. Abbildung 4.7). Weitergehende Informationen zu dem "Elli.vi" sind der Diplomarbeit [Weg10] zu entnehmen.

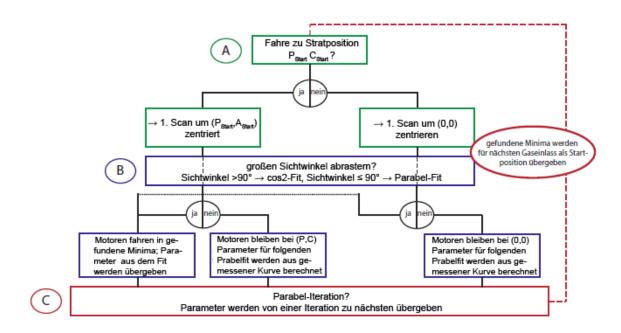


Abbildung 4.7: Schematische Darstellung des Elli.vi. Das Programm ist grob in drei Abschnitte zu unterteilen (A, B und C), in denen jeweils entschieden werden kann, ob dieser Schritt durchgeführt werden soll oder nicht. Im ersten Abschnitt wird festgelegt, ob die Datenaufnahme an einem festen Startpunkt (P<sub>Start</sub>, C<sub>Start</sub>) beginnen soll oder um den Punkt (0,0). Im zweiten Abschnitt wird die Art des Fits festgelegt mit dem in diesem Durchlauf das Minimum bestimmt werden soll. Ist der Bereich größer als 90° so wird der Verlauf mit einem cos² angefittet, ist er ≤ 90° wird der Verlauf mit einer Parabel gefittet. Im letzten Abschnitt wird entschieden, ob das gefundene Minimum als Startwert für den nächsten Durchlauf übergeben werden soll. Abbildung nach [Weg10].

#### 4.3.2 Scan-Methode

Das vorangegangene Programm "Elli.vi" wurde für die Nullellpsometrie mit festem Kompensator und rotierbarem Analysator geschrieben und lieferte für diesen Fall auch gute Ergebnisse. Da aber im Fall der Ellipsometrie mit festem Analysator und rotierbarem Kompensator der Minimumverlauf deutlich flacher ist, ist das Ergebnis des Fits nicht mehr ausreichend und liefert fehlerhafte Datenpunkte.

Um die Datenaufnahme zu verbessern wurde eine neue Methode in die Datenaufnahme implementiert, die als Scan-Methode bezeichnet wird.

Nachdem "Elli.vi" ein Minimum bestimmt hat, wird ein Scan um dieses Minimum durchgeführt, d.h., es wird ein vorgegebener Bereich (Fenster) in vorgegebenen Schrit-

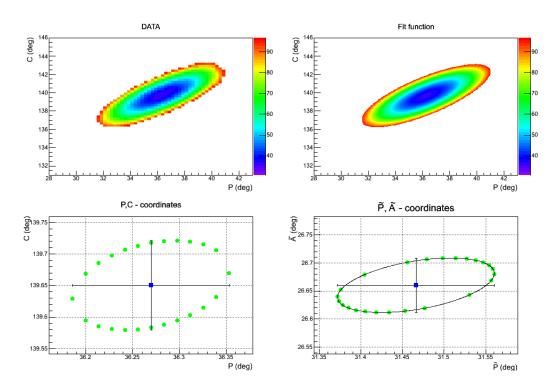


Abbildung 4.8: Ergebnis des Scans für eine Schicht des Films aus Kr. Auf dem oberen linken Bild sieht man die aufgenommenen Daten für eine Schicht im Bereich minimale Intensität + 60. Auf dem oberen rechten Bild den Fit an die Datenpunkte. Die Fitfunktion ist ein 2d-Ellipsoid, der um den Winkel  $\theta$  gedreht ist. Unten links sieht man das gefundene Minimum mit den Fehlerbalken. Die gepunktete Ellipse ist die Fehlerellipse mit der Korrelation von P und C. Auf dem unteren rechten Bild ist das Minimum in die  $\tilde{P}$  und  $\tilde{A}$  Koordinaten transformiert worden. Um die Fehler richtig zu transformieren, werden die einzelnen Punkte der Fehlerellipse transformiert und im neuen Koordinatensystem gefittet. Abbildung aus [Bau12].

ten (Schrittweite) abgerastert und jeweils die Intensität an dieser Stelle (bzw. ein Mittlewert aus mehreren Messungen, die durch eine Rate (typischer Wert: Mittlung über 100 Messungen bei einer Samplerate von 1000 Messungen/s) eingestellt werden kann) aufgenommen. Dabei wird jeweils ein Quadrat abgerastert, d.h., das Fenster ist für den Polarisator und den Kompensator gleich groß. Es wird dabei zeilenweise gerastert, was bedeutet, dass erst der Polarisator festgehalten wird bis alle Schritte des Kompensators aufgenommen wurden und dann der Polarisator um einen Schritt verfahren wird, bevor der Kompensator erneut alle Schritte durchläuft. Das Ergebnis eines solchen Scans ist in Abbildung 4.8 zu sehen.

Die aufgenommenen Datenpunkte werden dann mit Hilfe eines "ROOT-Skripts" mit einem in die PC-Ebene gedrehten elliptischen Paraboloiden angefittet. Das so gefundene Minimum in PC-Koordinaten muss anschließend noch in die  $\tilde{P}\tilde{A}$ -Ebene transformiert werden. Damit auch die Korrelation der Fehler berücksichtigt werden, werden die Fehler nicht einfach in die neue Darstellung übernommen, sondern es wird um das gefundene Minimum in der PC-Ebene eine Fehlerellipse konstruiert und diese wird dann Punkt für Punkt in die  $\tilde{P}\tilde{A}$ -Ebene transformiert, sodass auch die Korrelation der Fehler durch die Transformation erhalten bleibt. Die Umrechnung des Minimums in die  $\tilde{P}\tilde{A}$ -Ebene ist notwendig, da das nachfolgende Fitprogramm zur Bestimmung der optischen Parameter eine Analyse in der PA-Ebene durchführt. Die Umrechnung erfolgt nach folgenden Relationen:

• Für die Umrechung aus dem LabVIEW-Koordinatensystem in das theoretische Koordinatensystem gilt

$$P_{th} = 90 - P_{LV} (4.2)$$

und

$$C_{th} = 180 - C_{LV} (4.3)$$

mit den Indizes th = theoretisch und LV = LabVIEW. Der Kompensator ist um  $90^{\circ}$  verdreht in die Halterung eingebaut, so dass der Wert mit zusätzlichen  $90^{\circ}$  addiert werden muss.

ullet für die Umrechung aus der PC-Ebene in die relative  $ilde{P} ilde{A}$ -Ebene gilt

$$\tilde{A} = \arctan(|\rho|) \tag{4.4}$$

und

$$\tilde{P} = \frac{\Re(\rho)}{2} - \frac{\pi}{4} \tag{4.5}$$

mit

$$\rho = -\tan(A) \cdot \frac{\tan(C) - i \cdot \tan(P - C)}{1 + i \cdot \tan(C) \cdot \tan(P - C)}.$$
(4.6)

Die Scan-Methode wurde zusammen mit Stephan Bauer entwickelt und wird im Rahmen seiner Doktorarbeit in allen Einzelheiten erklärt. Die genau Erklärung der Fitalgorithmus und eine detaillierte Darstellung dieser Scan-Methode ist [Bau12] und [Bau13] zu entnehmen.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>ROOT ist ein am CERN entwickeltes Datenanalyse-Programm (http://root.cern.ch)

### 4.3.3 Fitten der Datenpunkte

Mit dem Programm elli.cpp wird ein Fit an die Datenpunkte gelegt. Diese Fitkurve ist von den optischen Parametern Einfallswinkel  $\alpha$ , Brechungsindex des Films  $N_1 = n_1 + ik_1$  und dem Brechungsindex des Substrats  $N_2$  abhängig. Das Programm erzeugt in einem für jeden Parameter vorgegebenen Intervall eine theoretische Ellipsometriekurve in 1 Å Schritten und vergleicht für jeden Parametersatz den Abstand der theoretischen Kurve zu den Messpunkten. Die Kurve mit dem geringsten Abstand wird als bester Fit von dem Programm zurückgegeben (vgl Abbildung 4.9). Die theoretische Kurve wird nach Formel 3.49 und nach Formel 3.51 bestimmt. Die Summe der Abweichung zu den Datenpunkten ist gegeben durch:

$$\sum_{i=0}^{n} \chi_{i}^{2} = \left[ \frac{(\tilde{P}_{i} - P_{i,fit})^{2}}{\sigma_{\tilde{P}}^{2}} + \frac{(\tilde{A}_{i} - A_{i,fit})^{2}}{\sigma_{\tilde{A}}^{2}} - 2\tilde{\rho}_{i} \frac{(\tilde{P}_{i} - P_{i,fit})(\tilde{A}_{i} - A_{i,fit})}{\sigma_{\tilde{P}}\sigma_{\tilde{A}}} \right] \frac{1}{1 - \tilde{\rho}_{1}^{2}}$$
(4.7)

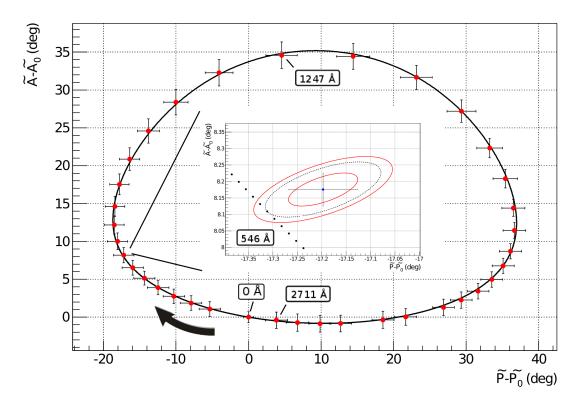


Abbildung 4.9: Beispiel für den Fit an eine Datenreihe. Gezeigt sind die relativen Winkel  $(\tilde{A} - \tilde{A}_0, \tilde{P} - \tilde{P}_0)$ , die aus der Umrechnung der PC-Werte folgen. Die schwarze Linie ist der Fit an die Datenpunkte, der mit "elli.cpp" erzeugt wurde. In dem Fit wurden die Parameter  $n_1$ ,  $n_2$  und  $k_2$  bestimmt. Die dazugehörige Filmdicke ist an verschiedenen Stellen der Datenkurve markiert und wächst mit dem Uhrzeigersinn an. Die Fehler der Datenpunkte sind zur besseren Ansicht mit einem Faktor von 20 multipliziert worden. Der zweite Plot zeigt den Datenpunkt 7 mit der ein und zwei Sigma Fehlerellipse (rot) und der 1.67  $\sigma$  Fehlerellipse (schwarz gepunktet), die sich mit der Fitkurve (schwarze Punkte) schneidet. Der Abstand der Punkte der Fitkurve beträgt 1 Å. Abbilldung aus [Bau12].

5 Nullellipsometrie von stabilem Kr bei festem Analysator

# 5.1 Ausgangssituation

Die Ausgangssituation vor der Bestimmung von Korrekturen ist in Abbildung 5.1 gezeigt. Bei den Messwerten fällt auf den ersten Blick auf, dass der Fit die Messung nicht sehr gut beschreibt. Dies wird ebenso deutlich, wenn man das  $\chi^2=96,73$  des Fits betrachtet. Vernachlässigt man aber erst einmal den Fit und betrachtet nur die Messwerte, kann man erkennen, dass die Messwerte in sich nicht sehr konsistent sind. Es scheint so, als würden die Messwerte schwanken. Diese Beobachtung war der Grund, die in Kapitel 4.3.2 vorgestellte Scan-Methode zur Bestimmung der Datenpunkte zu implementieren. Weitergehend wird deutlich, dass die Fehlerbalken unterschiedlich groß sind aber nicht in einer Korrelation zum Messverlauf stehen. Auch dies konnte mit der Scan-Methode verbessert werden.

Vergleicht man die Datenpunkte mit dem Fit werden folgende Unstimmigkeiten deutlich:

- Die Messwertkurve scheint zur Fitkurve verkippt bzw. verdreht. Dies wird deutlich, wenn man den Anfang und das Ende des Verlaufs vergleicht. Am Anfang (im Bereich -30° bis 0° im Polarisator) sind die Messwerte eher oberhalb der Fitkurve und am Ende (im Bereich 0° bis 40° im Polarisator) ausschließlich unterhalb der Fitkurve. Es wird vermutet, dass diese Drehung der Ellipse an den optischen Komponenten liegt und soll deshalb in Kapitel 5.3 untersucht werden.
- Die bestimmten Fitparameter erscheinen physikalisch als nicht sehr sinnvoll. Der bestimmte Brechungsindex von HOPG N<sub>2</sub> = n<sub>2</sub> + ik<sub>2</sub> = 2,939 1,597i stimmt lediglich im Imaginärteil mit der Literatur überein (Literatur n<sub>2</sub> = 2,15 2,73 und k<sub>2</sub> = -1,94 -1,40 [Gre69], [Jel07], [Taf65], [Ber70] und [Erg67]) und der Brechungsindex von Krypton n<sub>1</sub> = 1,420 (Literatur 1,375 [Sin80] bzw. bei Ellipsometrie 1,28 [Kru59]¹) weicht ebenfalls von der Literatur ab. Als letzter Parameter bleibt der Einfallswinkel α = 61,651. Dieser Wert ist schwer einzuordnen, da der Einfallswinkel nicht genau bekannt ist. Daher wird der Einfallswinkel in Kapitel 5.3 bestimmt. Da der Einfallswinkel α und der Brechungsindex n<sub>1</sub> sehr stark miteinander korreliert sind, soll der bestimmte Einfallswinkel nicht mehr als freier Parameter in dem Fit berücksichtigt werden. Damit kann die Korrelation etwas aufgehoben werden und die Freiheitsgrade des Systems eingeschränkt werden. Der Brechungsindex des Kryptons weist darauf hin, dass das ausgefrorene Gas nicht ausschließlich aus Krypton besteht. Daher wird in Kapitel 5.4 der Einfluss von Restgas auf die Messwerte überprüft.
- Bei einigen Messung spiralisiert die Messkurve mit zunehmender Schichtdicke nach innen. Dieses Verhalten kann nicht mit einem Imaginärteil im Brechungsindex

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>An dieser Stelle sind zwei Literaturwerte angegeben, da der Brechungsindex von Krypton 1.375 beträgt, aber der Brechungsindex sehr stark von der Filmpräparation abhängig ist. Der zweite Literaturwert [Kru59] bezieht sich auf einen Wert, der mit der gleichen Messmethode und ähnlichen Bedingungen bestimmt wurde.

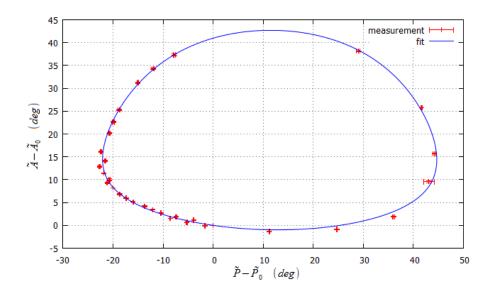


Abbildung 5.1: **Messung vom 27.09.11** ohne Einarbeitungen von Korrekturen. Die Messung verdeutlicht die Ausgangssituation vor den Korrekturen. Als Fitparameter wurde ein Einfallswinkel  $\alpha=61,651^{\circ}$ , ein Brechungsindex von Krypton  $n_1=1,420$  und ein Brechungsindex von HOPG  $N_2=n_2+ik_2=2,939-1,597i$  bestimmt.

kompensiert werden, da ein nach innen Spiralisieren nur durch ein positives  $k_1$  beschrieben wird. Ein positives  $k_1$  bedeutet aber physikalisch eine Verstärkung der Intensität, was nur bei optisch aktiven Medien vorkommt, und ein solches Verhalten bei Krypton nicht vorliegt. Deshalb muss die Erklärung dieses Verhaltens ebenfalls an dem Restgas liegen, da auch eine Abhängigkeit von der Schichtdicke vorliegt.

Die oben genannten Aspekte zur Optimierung der Ellipsometrie werden in den folgenden Kapiteln untersucht. Weitergehend werden auch die Startwerte und der damit verbundene Brechungsindex von HOPG untersucht sowie verschiedene Methoden zur Reinigung des Substrats. Das Ziel dieses Kapitels ist es, die einzelnen Optimierungen deutlich zu machen und die Auswirkungen auf die Messwerte aufzuzeigen.

# 5.2 Bestimmung der theoretischen Startwerte

Um die Startwerte direkt analysieren zu können, wurde ein "MATHLAB"-Skript geschrieben, welches aus den Startwerten den Brechungsindex für das "blanke" Substrat berechnet. Der Brechungsindex setzt sich zusammen aus einem Realteil  $n_2$  und einem Imaginärteil  $k_2$ , so dass für den Brechungsindex gilt  $N_2 = n_2 + ik_2$ . Die 2 als Index hat den historischen Hintergrund, dass das Substrat in einem 3-Schichtsystem, wie es hier betrachtet wird, als unterste Schicht angenommen wird.

Der Brechungsindex wird nach folgender Formel nach [Kru59] wie folgt berechnet:

$$N_2 = n_2 + ik_2 = \tan(\alpha) \cdot \sqrt{1 - \frac{4 \cdot \rho \cdot \sin(\alpha)^2}{(r+1)^2}}$$
 (5.1)

Nach 3.49 und mit  $\rho_C = -i$  ist

$$\rho = -\tan(A) \cdot \frac{\tan(C) - i\tan(P - C)}{1 + i\tan(C) \cdot \tan(P - C)}.$$
(5.2)

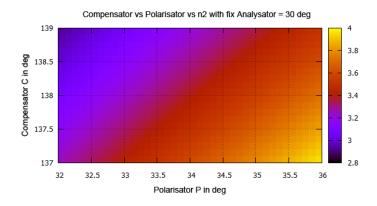
Die Eingabeparameter in dieses Skript sind die Winkel für den Polarisator und den Kompensator im LabVIEW-Koordinatensystem. Diese werden dann in das radiale theoretische Koordinatensystem umgerechnet. Weitere Eingabeparameter sind der Einfallswinkel und der Winkel des festen Analysators im theoretischen Koordinatensystem. Als Antwort auf diese Eingabeparameter gibt das Programm den Brechungsindex des Substrats zurück.

Im folgenden wurde untersucht, welche Einflüsse der Polarisator, Kompensator und der Analysator auf den Brechungsindex des Substrats haben. Dabei wurden immer zwei Parameter gegeneinander geplottet und der dritte Parameter wurde festgehalten. Die Färbung der Fläche entspricht der Änderung des Brechungsindex.

Die Aussage, die sich nach der Analyse der Graphen treffen lässt, ist, dass die Werte von  $n_2$  und  $k_2$  unterschiedlich stark von den Winkeln des Polarisators, Kompensators und Analysators abhängen. In den Abbildungen 7.3 und 7.4 ist zu erkennen, dass eine kleine Änderung im Analysator bereits eine sehr große Änderung in den Werten  $n_2$  und  $k_2$  bewirkt. Diese Änderung ist periodisch und erscheint nur auf den gewählten Ausschnitten so, als würde der  $n_2$  und  $k_2$  Wert mit steigendem A Wert sinken. An einer anderen Stelle kann dieses Verhalten auch umgekehrt sein.

Die zweitgrößte Auswirkung auf die Startwerte hat der Polarisatorwert P. Seine Auswirkung scheint im Vergleich zum Analysatorwert A deutlich geringer zu sein (vgl. Abbildung 7.3), aber im Gegensatz zum Kompensatorwert C deutlich größer als selbiger. Wie in dem Graphen 5.2 zu erkennen ist, verhalten sich die P und C Werte für den  $n_2$  Wert asymmetrisch, d.h., mit steigendem P Wert und fallendem C Wert steigt der  $n_2$  Wert. Für den  $k_2$  Wert allerdings verhält sich die Änderung in P und C wiederum symmetrisch, d.h., der  $k_2$  Wert steigt mit steigendem P und C Wert.

Die geringste Auswirkung auf den Brechungsindex des Substrats  $N_2$  hat der Wert für den Kompensator C. Diese Tatsache ist auch der Grund für die nicht mehr ausreichende Genauigkeit des Elli.vi (vgl. Kapitel 4.3.1). Dadurch, dass die größte Änderung in den Werten für den Analysator bestimmt wurde und nun dieses Bauteil festgehalten wird, bewirkt eine deutliche Abflachung des Minimaverlaufs, so dass die Fitgenauigkeit des LabVIEW-Algorithmus nicht mehr ausreichend ist. Als weiterer Schluss ergibt sich, dass die Bestimmung des festen Analysatorwinkels sehr entscheidend für die Ergebnisse der Ellipsometrie sind.



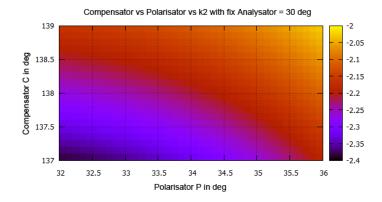


Abbildung 5.2: Veränderung des Brechungsindex in der PC-Ebene. Es ist zu erkennen, dass für  $n_2$  mit steigendem P der Wert größer wird und mit steigendem C kleiner wird. Der  $k_2$  Wert steigt mit P und C. In beiden Fällen ist die Auswirkung des Polarisators stärker als die des Kompensators.

## 5.3 Verkippung der optischen Komponenten

Eine weitere mögliche Fehlerquelle ist eine Verkippung der optischen Komponenten. Daher wurden alle optischen Komponenten neu in dem Strahlengang justiert und die Auslese der Positionen der Drehtische mit der tatsächlichen Stellung überprüft. Auch wurde der Einfallswinkel des Laserstrahls zur Substratnormalen bestimmt, um den Winkel für den Fit festzuhalten und so die Freiheitsgrade des Systems zu verringern.

#### 5.3.1 Einfallswinkel

Der Einfallswinkel zwischen einfallendem Ellipsometrielaser und der Substratnormalen wurde mit Hilfe folgendem Aufbaus bestimmt. Es wurde ein Aluminiumblech auf einem

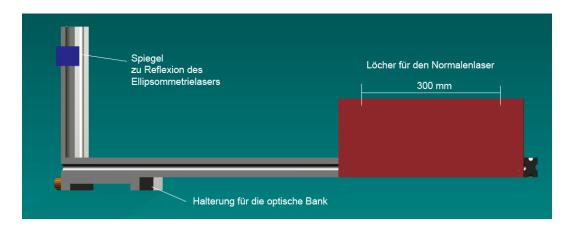


Abbildung 5.3: CAD-Zeichnung der Hilfsaparatur für die Bestimmung des Einfallwinkels Es wurde ein 50 cm langes und 15 cm hohes Blech (rot) im 90° Winkel zur optischen Bank befestigt. Auf der Befestigungsseite wurde ein kleines blankes Blech (blau) montiert, von dem der Ellipsometrielaser zurück reflektiert wird. Das große Blech wurde so präpariert, dass auf der oberen Seite zwei Löcher im Abstand l von  $(300 \pm 1)mm$  angebracht wurden.

Halter befestigt, so dass das Blech in 90° zum einfallenden Ellipsometrielaser steht. In das Blech wurden zwei Löcher im Abstand l von  $(300\pm1)mm$  gebohrt. Es wurde ein zweiter Laser so justiert, dass er von vorne auf das Substrat strahlt und sein reflektierter Strahl zurück in den Laser fällt. Dieser Laser wird im folgenden als Normalenlaser bezeichnet, da sein Strahl die Substratnormalen darstellt. Auf der Halterung des Blechs wurde ein zweites kleineres Blech montiert, welches als Spiegelt fungiert. Mit diesem kleineren Blech wurde sichergestellt, dass die Halterung für das große Blech im 90° Winkel zum einfallenden Ellipsometrielaser steht (vgl. Abbildung 5.3).

Das große Blech mit den zwei Löchern wurde so auf der optischen Bank positioniert, dass der Normalenlaser durch das 1. Loch des Blechs fällt. Diese Position wurde auf der optischen Bank markiert. Dann wurde das Blech so verschoben, dass der Normalenlaser durch das 2. Loch des Blechs fällt. Diese Position wurde auch markiert und der Abstand zwischen den beiden Positionen bestimmt  $\Delta s$  (vgl. Abbildung 5.4).

Mit der Information von dem Abstand der beiden Positionen  $\Delta s$  und dem Abstand der Löcher l kann der Einfallswinkel mit folgender Formel bestimmt werden:

$$\alpha = \arctan\left(\frac{l}{\Delta s}\right) \tag{5.3}$$

Mit diesem Aufbau und der Formel 5.3 wurden die Abstände  $\Delta s$  und Einfallswinkel  $\alpha$  bestimmt, die in Tabelle 5.1 aufgelistet sind.

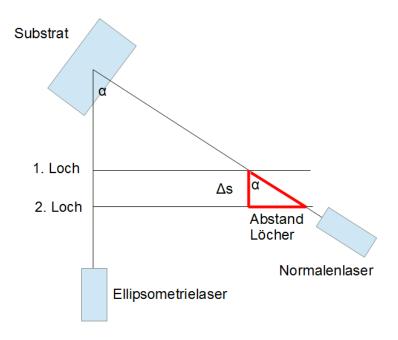


Abbildung 5.4: Schematische Zeichnung der Winkelmessung. Das Blech wurde so bewegt, dass ein Laser (Normalenlaser), der so justiert war, dass der vom Substrat reflektierte Strahl wieder in den Laser fällt, erst durch das vordere und dann durch das hintere Loch einstrahlt. Der Abstand dieser zwei Positionen wurde auf der optischen Bank markiert und gemessen.

Substrat	$\Delta s$	Einfallswinkel	Anmerkung
HOPG Substrat 1	174,0 mm	$59,81^{\circ} \pm 0,1^{\circ}$	Dieses Substrat wurde für alle Messungen bis zum 13.04.2012 verwendet
HOPG Substrat 2	165,5 mm	$61, 19 \pm 0, 1^{\circ}$	Dieses Substrat wurde für alle Messungen ab dem 29.06.2012 verwendet

Tabelle 5.1: Tabelle der bestimmten Einfallswinkel zwischen Ellipsometrielaser und Substratnormalen

#### 5.3.2 Polarisator und Kompensator

Es wurde überprüft, ob der feste Polarisator, der rotierbare Polarisator und der rotierbare Kompensator korrekt in ihren Halterungen eingebaut sind. Als erstes wurden die beiden Polarisatoren überprüft. Dazu wurde das Minimum der Intensität bei verschiedenen Ausrichtungen für die Polarisatoren bestimmt. Für die erste Messung wurden beide Polarisatoren sowie bei einer Ellipsometriemessung ausgerichtet. Für die zweite Messung wurde der rotierbare Polarisator um 180° zur optischen Achse verdreht. Die Minima wurde jeweils mit einem Parabelfit bestimmt. Als Messwerte wurden aufgenommen:

Messung	beide normal $(P_{BN})$	rot. Pol. 180° $(P_{180})$
Messung 1	85,80	85,78
Messung 2	85,80	85,76
Messung 3	85,72	85,72
Mittelwert	85,77	85,75
Fehler	0,05	0,03

Tabelle 5.2: Messwerte für die Überprüfung der Polarisatoren. Die Fehler ergeben sich aus der Standardabweichung der Messwerte.

Mit diesen Messungen kann nun überprüft werden, ob der feste Polarisator  $P_1$  und der rotierbare Polarisator  $P_2$  einen Offset besitzen. Da der feste Polarisator so eingestellt ist, dass seine Polarisationsachse auf 0° steht, muss der rotierbare Palarisator im 90°-Winkel dazu stehen, um das Licht auszulöschen. Damit lassen sich folgende Gleichungen formulieren:

Für den Fall der normalen Ausrichtung gilt:

$$90^{\circ} = P_{BN} + \Delta P_2 + \Delta P_1 \tag{5.4}$$

Für den Fall des gedrehten rotierbaren Polarisators gilt:

$$90^{\circ} = P_{180} + \Delta P_2 - \Delta P_1 \tag{5.5}$$

Aus Gleichung 5.4 und 5.5 lassen sich nun durch Subtraktion und Addition der Gleichungen die beiden Offsets  $\Delta P_1$  und  $\Delta P_2$  bestimmen.

Aus der Subtraktion ergibt sich ein Offset  $\Delta P_1$  von  $0,01^{\circ} \pm 0,02^{\circ}$  und aus der Addition ein Offset  $\Delta P_2$  von  $4,24^{\circ} \pm 0,08^{\circ}$ .

Im nächsten Schritt wurde überprüft, ob der Kompensator einen Offset besitzt. Dazu wurde der Kompensator zwischen die beiden gekreuzten Polarisatoren gestellt. Der zuvor bestimmte Offset für den rotierbaren Polarisator wurde dabei bereits berücksichtigt. Dann wurde die Stellung für den Kompensator bestimmt, für die die Intensität maximal

wird. Wenn der Kompensator keinen Offset besitzt, sollte das Licht bei einer Stellung von  $45^{\circ}$  maximal zirkular polarisiert sein. Dieser Polarisationszustand liefert bei gekreuzten linear Polarisatoren die höchste durchgelassene Intensität, weil in diesem Fall der linear Anteil des Lichts minimalisiert wird. Auch diese Messung wurde für beide Ausrichtungen des Kompensators durchgeführt. Die normale Ausrichtung wird mit  $C_N$  und die um  $180^{\circ}$  zur optischen Achse verdrehte Ausrichtung mit  $C_{180}$  bezeichnet.

Messung	$C_N$	$C_{180}$
Messung 1	40,99	41,02
Messung 2	40,95	$40,\!68$
Messung 3	40,99	40,97
Mittelwert	40,98	40,89
Fehler	0,02	0,18

Tabelle 5.3: Messwerte für die Überprüfung des Kompensators

Auch für diese Messung lassen sich wieder zwei Gleichungen formulieren. Für die normale Ausrichtung gilt:

$$45^{\circ} = C_N + \Delta C - \Delta P_1 \tag{5.6}$$

Für die um 180° zur optischen Achse verdrehte Ausrichtung gilt:

$$45^{\circ} = C_{180} + \Delta C + \Delta P_1 \tag{5.7}$$

Aus der Addition der Gleichungen 5.6 und 5.7 ergibt sich eine Offset  $\Delta C$  für den Kompensator von  $4, 1^{\circ} \pm 0, 2^{\circ}$ .

#### 5.3.3 Substrat und Kaltkopf

Um die Verkippung des Substrats zu vermessen wurde ein Aufbau, wie in Abbildung 5.5 gezeigt, benutzt. Mit der Messung kann aus der Wegstrecke  $\Delta s$  sowie dem Abstand zwischen Laseröffnung und Substratoberfläche d der Verkippungswinkel  $\alpha$  nach folgender Formel bestimmt werden

$$\alpha = \frac{\arctan(\frac{\Delta s}{d})}{2}.\tag{5.8}$$

Als Messergebnisse wurde für den Abstand d eine Strecke von  $(80,0\pm0,1)\,\mathrm{cm}$  aufgenommen. Für den Abstand  $\Delta s$  wurden folgende Ergebnisse, die in Tabelle 5.4 zusammengefasst sind, bestimmt. Mit der Formel 5.8 wurde ein Winkel von  $3,4^{\circ}\pm0,21^{\circ}$  für die Verkippung des Substrats bestimmt.

Da der Ellipsometrielaser unter einem Winkel von ca. 60° auf das Substrat trifft, muss im nächsten Schritt untersucht werden, welche effektive Korrektur auf die einzelnen Komponenten angewendet werden muss, um die Verkippung zu kompensieren.

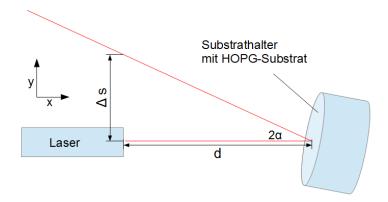


Abbildung 5.5: Schematische Zeichnung von der Messung der Substratverkippung. Ein Laser wurde in der x-Ebene so ausgerichtet, dass er die Mitte des Substrats trifft und dabei waagerecht in der x-Ebene liegt. Der reflektierte Strahl wurde auf einem Papierblatt abgebildet und die Wegstrecke  $\Delta s$  in der y-Ebene bestimmt. Die Strecke d gibt den Abstand zwischen Laseröffnung und Substratoberfläche an.

Messung	$\Delta s$	α
Messung 1	$9.2~\mathrm{cm}$	3,3°
Messung 2	$10,0~\mathrm{cm}$	3,6°
Messung 3	$9.7~\mathrm{cm}$	$3,5^{\circ}$
Mittelwert		$3,4^{\circ}$
Fehler		0,21°

Tabelle 5.4: Messwerte für die Bestimmung der Verkippung des Substrats

Der Normalenvektor der Streuebene  $\vec{n}$  wird durch die Rotation des Vektors  $-\vec{k}=(0,0,-1)$  um den Winkel  $\alpha$  um die x-Achse und einer Kippung um den Winkel  $\theta$  konstruiert. Da die Rotationsmatrix eine einfache zweidimensionale Rotation in der xy- bzw. yz- bzw. xz-Ebene sein soll, muss erst die Kipprotation um die y-Achse und dann die  $\alpha$ -Rotation um die x-Achse durchgeführt werden:

$$\vec{n} = \underbrace{\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\alpha) & -\sin(\alpha) \\ 0 & \sin(\alpha) & \cos(\alpha) \end{pmatrix}}_{\text{um } x\text{-Achse}} \cdot \underbrace{\begin{pmatrix} \cos(\theta) & 0 & -\sin(\theta) \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin(\theta) & 0 & \cos(\theta) \end{pmatrix}}_{\text{um } y\text{-Achse}} \cdot \underbrace{\begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ -1 \end{pmatrix}}_{-\vec{k}}$$

$$= \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\alpha) & -\sin(\alpha) \\ 0 & \sin(\alpha) & \cos(\alpha) \end{pmatrix}}_{\text{osin}(\alpha)} \cdot \underbrace{\begin{pmatrix} \sin(\theta) \\ 0 \\ -\cos(\theta) \end{pmatrix}}_{\text{cos}(\theta)} = \begin{pmatrix} \sin(\theta) \\ \sin(\alpha)\cos(\theta) \\ -\cos(\alpha)\cos(\theta) \end{pmatrix}}_{\text{cos}(\theta)}$$
(5.9)

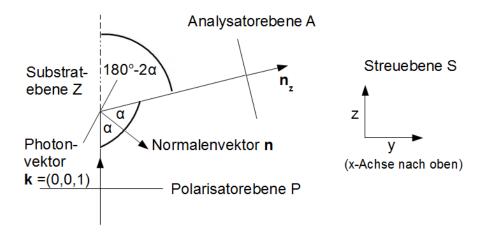


Abbildung 5.6: **Streuebene von oben.** Eingezeichnet sind die Lage der Polarisatorebene P, der Substratebene Z und die Analysatorebene A. Dabei ist ein Kippwinkel von  $\theta = 0^{\circ}$  angenommen. Weitergehend ist der Normalenvektor der Streuebene  $\vec{n}$  sowie der Photonenvektor  $\vec{k}$  eingezeichnet. Der Einfalls- und Ausfallswinkel sind mit  $\alpha$  bezeichnet.

Für die Streuebene Z muss gelten  $\vec{r} \cdot \vec{n} = 0$  (Ebenengleichung in Normalform) und für die Streuebene, die durch den  $\vec{k}$ -Vektor der Photonen und den Normalenvektor  $\vec{n}$  aufgespannt wird, gilt:

$$S: \vec{k} = a \cdot \vec{k} + b \cdot \vec{n} = a \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} + b \begin{pmatrix} \sin(\theta) \\ \sin(\alpha)\cos(\theta) \\ -\cos(\alpha)\cos(\theta) \end{pmatrix}$$
 (5.10)

Anmerkung: Als Ursprung (0,0,0) wurde der Punkt auf dem Substrat definiert, der von dem Laserstrahl getroffen wird. Damit können alle Bezugsebenen A, P, S und Z so definiert werden, als wären sie an diesem Punkt aufgehängt, obwohl sie in der Realität einen Abstand zu diesem Punkt besitzen. Da das Interesse aber nur der Richtung der Winkel bzw. den Schnittwinkeln gilt, kann der Abstand der Ebenen zueinander vernachlässigt werden.

Die weiteren Schritte werden nun nur für p-polarisiertes Licht betrachtet. Die Ergebnisse sind aber nicht von der Polarisation des Lichts abhängig und somit allgemein gültig.

### Polarisationskorrekturwinkel für p-polarisiertes Licht $\gamma_{PP}$

P-polarisiertes Licht bedeutet physikalisch, dass der Winkel am Polarisator 0° beträgt. Dies ist gegeben, wenn die Schnittgrade der Streuebene S mit der Polarisatorebene P wie folgt definiert ist: Die Streuebene S ist wie in Formel 5.10 und die Polarisatorebene

$$P: \vec{r} \cdot \vec{k} = 0 = \vec{r} \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \Leftrightarrow z = 0$$
 (5.11)

definiert.

Damit gilt für die Schnittgerade in der z-Komponente

$$S_z \cap P_z : a \cdot 1 - b \cdot \cos(\alpha) \cos(\theta) = 0 \quad \Rightarrow a = b \cdot \cos(\alpha) \cos(\theta)$$
 (5.12)

und somit für die gesamte Schnittgerade

$$S \cap P : \vec{r} = b\cos(\alpha)\cos(\theta) \cdot \begin{pmatrix} 0\\0\\1 \end{pmatrix} + b \cdot \begin{pmatrix} \sin(\theta)\\\sin(\alpha)\cos(\theta)\\-\cos(\alpha)\cos(\theta) \end{pmatrix} = b \cdot \begin{pmatrix} \sin(\theta)\\\sin(\alpha)\cos(\theta)\\0 \end{pmatrix}$$
(5.13)

Um nun den Polarisatorkorrekturwinkel  $\gamma_{PP}$  zu bestimmen, muss man die Beziehung

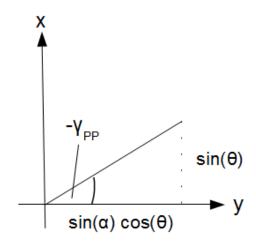


Abbildung 5.7: Veranschaulichung des Polarisatorkorrekturwinkels  $\gamma_{PP}$  in der yx-Eben und der Beziehung zum Einfallswinkel  $\alpha$  und Kippwinkel  $\theta$ .

zwischen  $\gamma_{PP}$  und dem Einfallswinkel  $\alpha$  sowie dem Korrekturwinkel  $\theta$  konstruieren. Diese Konstruktion ist in Abbildung 5.7 dargestellt.

Aus dieser Konstruktion ergibt sich ein Polarisatorkorrekturwinkel von

$$-\gamma_{PP} = \arctan \frac{\sin(\theta)}{\sin(\alpha)\cos(\theta)} = \arctan \frac{\tan(\theta)}{\sin(\alpha)}.$$
 (5.14)

Somit muss der Winkel des Polarisators und der des Kompensators um

$$\gamma_{PP} = -\arctan\frac{\tan(\theta)}{\sin(\alpha)} \tag{5.15}$$

korrigiert werden.

#### Analysatorkorrekturwinkel für p-polarisiertes Licht $\gamma_{AP}$

Der Normalenvektor  $\vec{n}_z$  der Analysatorebene Z wird durch die Rotation des  $\vec{k}$ -Vektors um den Winkel  $-(180^\circ-2\alpha)$  um die x-Achse konstruiert

$$\vec{n}_{z} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(180^{\circ} - 2\alpha) & \sin(180^{\circ} - 2\alpha) \\ 0 & -\sin(180^{\circ} - 2\alpha) & \cos(180^{\circ} - 2\alpha) \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ \sin(180^{\circ} - 2\alpha) \\ \cos(180^{\circ} - 2\alpha) \end{pmatrix}$$

$$\Rightarrow \vec{n}_{z} = \begin{pmatrix} 0 \\ \sin(2\alpha) \\ -\cos(2\alpha) \end{pmatrix}. \tag{5.16}$$

Damit wird die Analysatorebene in Normalform beschrieben durch

$$Z: \vec{r} \cdot \vec{n}_z = 0 = \vec{r} \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ \sin(2\alpha) \\ -\cos(2\alpha) \end{pmatrix}$$
 (5.17)

Am Analysator sind physikalisch 0° gegeben für die Schnittgrade der Streuebene S und der Analysatorebene Z. Dabei sind die Streuebene S wie in Gleichung 5.10 und die Analysatorebene wie in Gleichung 5.17 definiert.

Für die Schnittgrade gilt:

$$S \cap A : \left[ a \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} + b \begin{pmatrix} \sin(\theta) \\ \sin(\alpha)\cos(\theta) \\ -\cos(\alpha)\cos(\theta) \end{pmatrix} \right] \cdot \begin{pmatrix} 0 \\ \sin(2\alpha) \\ -\cos(2\alpha) \end{pmatrix} = 0$$
 (5.18)

Daraus lässt sich eine Beziehung zwischen a und b formulieren.

$$b\sin(\alpha)\cos(\theta)\sin(2\alpha) + (a - b\cos(\alpha)\cos(\theta))(-\cos(2\alpha)) = 0$$

$$\Leftrightarrow b \cdot [\sin(\alpha) \underbrace{\sin(2\alpha)}_{2\sin(\alpha)\cos(\alpha)} \cos(\theta) + \cos(\alpha) \underbrace{\cos(2\alpha)}_{\cos^2(\alpha) - \sin^2(\alpha)} \cos(\theta)] = a\cos(2\alpha)$$

$$\Leftrightarrow b\cos(\theta) \underbrace{[2\sin^2(\alpha)\cos(\alpha) + \cos^3(\alpha) - \cos(\alpha)\sin^2(\alpha)]}_{\cos^3(\alpha) + \sin^2(\alpha)\cos(\alpha) = \cos(\alpha)} = a\cos(2\alpha)$$

$$\Leftrightarrow b\cos(\theta)\cos(\alpha) = a\cos(2\alpha)$$

$$b\cos(\theta) \frac{\cos(\alpha)}{\cos(2\alpha)} = a \tag{5.19}$$

Damit lässt sich für die p-polarisierte Vektoren in der Analysatorebene schreiben

$$\vec{r}:b\cos(\theta)\frac{\cos(\alpha)}{\cos(2\alpha)}\begin{pmatrix}0\\0\\1\end{pmatrix}+b\begin{pmatrix}\sin(\alpha\cos(\theta)\\-\cos(\alpha)\cos(\theta)\end{pmatrix}$$

$$\Rightarrow \vec{r} = b \begin{pmatrix} \sin(\theta) \\ \sin(\alpha)\cos(\theta) \\ \cos(\theta) \left( \frac{\cos(\alpha)}{\cos(2\alpha)} - \cos(\alpha) \right) \end{pmatrix}$$
 (5.20)

Da die Analysatorebene in der zy'-Ebene liegt, muss zuerst die y'-Komponente bestimmt

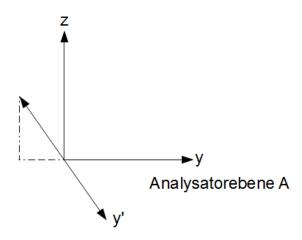


Abbildung 5.8: Veranschaulichung des Analysatorkorrekturwinkels  $\gamma_{AP}$ . Ansicht der zy-Eben von oben mit den waagerechten Komponenten und der verkippten y'-Achse

werden (vgl. Abbildung 5.8).

$$y' = \sqrt{y^2 + z^2} = \cos(\theta) \sqrt{\sin^2(\alpha) + \left[\frac{\cos(\alpha)}{\cos(2\alpha)} - \cos(\alpha)\right]^2}$$

Mit den Beziehungen  $\cos(\alpha)\cos(2\alpha) = \cos^3(\alpha) - \cos(\alpha)\sin^2(\alpha)$ und  $\cos(\alpha) = \cos^3(\alpha) + \cos(\alpha)\sin^2(\alpha)$  vereinfacht sich y' zu

$$y' = \cos(\theta) \sqrt{\sin^2(\alpha) + \left[\frac{2\cos(\alpha)\sin^2(\alpha)}{\cos(2\alpha)}\right]^2} = \cos(\theta) \sqrt{\sin^2(\alpha) + \left[\frac{\sin(2\alpha)\sin(\alpha)}{\cos(2\alpha)}\right]^2}$$
$$y' = \cos(\theta)\sin(\alpha) \sqrt{1 + \frac{\sin^2(2\alpha)}{\cos^2(2\alpha)}} = \cos(\theta)\sin(\alpha)\frac{1}{\cos(2\alpha)}$$
(5.21)

Mit der y'-Komponente lässt sich nun die Analysatorwinkelkorrektur  $\gamma_{AP}$  bestimmen.

$$-\gamma_{AP} = \arctan\left(\frac{x}{y'}\right) = \arctan\left(\frac{\sin(\theta)}{\cos(\theta)\sin(\alpha)}\cos(2\alpha)\right) = \arctan\left(\frac{\tan(\theta)}{\sin(\alpha)}\cos(2\alpha)\right)$$

$$\Rightarrow \gamma_{AP} = -\arctan\left(\frac{\tan(\theta)}{\sin(\alpha)}\cos(2\alpha)\right) \neq \gamma_{PP}$$
 (5.22)

Damit sind die Korrekturen, die durch die Verkippung des Substrats nötig sind, für den Polarisator, Kompensator und Analysator bestimmt und nur abhängig vom Einfallswinkel des Lasers und dem Winkel der Substratverkippung.

#### 5.3.4 Analysator

Um die Ausrichtung des Analysators zu überprüfen, wurde eine Anordnung wie in Abbildung 5.9 aufgebaut. Die Kombination aus Laser, festem linear Polarisator und  $\lambda/4$ -Plättchen erzeugt einen zirkular polarisierten Strahl. Dieser kann durch den rotierbaren Polarisator in jede beliebige Raumrichtung linear polarisiert werden. Der Analysator ist in der Halterung des äußeren Kaltschildes eingebaut. Dieses Kaltschild ist aber um 180° verdreht auf dem Kaltkopf montiert und der Detektor ist auf der Innenseite des Kaltschildes angebracht. Dies ist nötig, um die gleiche Ausrichtung wie in dem Ellipsometriesetup zu gewährleisten ohne den Strahl über das Substrat zu reflektieren. Die Montage des Kaltschildes und des Detektors sind in Abbildung 5.10 dargestellt. Die

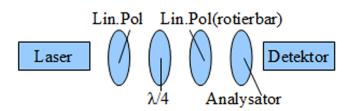


Abbildung 5.9: Schematischer Aufbau zur Messung der Analysatorverkippung. Es wurde eine Anordung von Laser, linear Polarisator (fest),  $\lambda/4$ -Plättchen, linear Polarisator (rotierbar), Analysator und Detektor verwendet. Der erste linear Polarisator und das  $\lambda/4$ -Plättchen heben die Polarisation des Lasers auf, indem ein zirkular polarisiertes Strahl erzeugt wird. Der rotierbare Polarisator kann eine Polarisation in jede Raumrichtung erzeugen.

Messung wurde wie folgt durchgeführt. Es wurde ein Bereich um die vom Hersteller angegebene Ausrichtung gescannt und jeweils die Intensität zum Winkel des rotierbaren linear Polarisators erfasst. Diese Daten wurden dann mit einer  $\cos^2$ -Funktion angefittet und durch den Fit wurde das Minimum bestimmt (vgl. Abbildung 5.11). Als Winkel mit der geringsten Intensität wurde ein Wert von  $-32,333^{\circ} \pm 0,006^{\circ}$  bestimmt. Der Fehler für den Winkel ergibt sich aus dem Fit. Nach Berücksichtigung der Einbaulage und des Offsets des Polarisators von  $4,34^{\circ}$  ergibt sich ein Analysatorwinkel A von

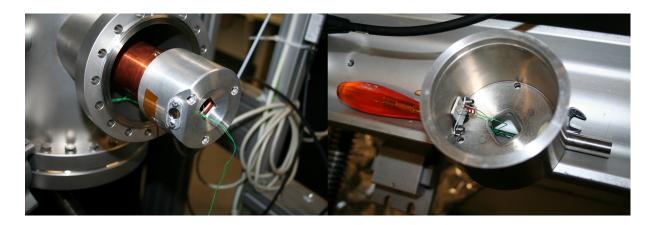


Abbildung 5.10: Bild des Kaltschildes und des Detektors zur Bestimmung der Analysatorverkippung. Links: Das Kaltschild wurde um 180° verdreht auf den Kaltkopf montiert, um die Ausrichtung wie bei einer Ellipsometriemessung zu erreichen ohne den Strahl über das Substrat zu reflektieren. Rechts: Der Detektor (Si-PIN Diode) wurde auf der Innenseite des Kaltschildes montiert.

 $(27,99\pm0,01)^{\circ}$  im theoretischen Koordinatensystem. Als Herstellerangabe wurde ein Wert von 30° im theoretischen Koordinatensystem erwartet. Somit ergibt sich ein Offset für den Analysator von  $2,00^{\circ}\pm0,01^{\circ}$ .

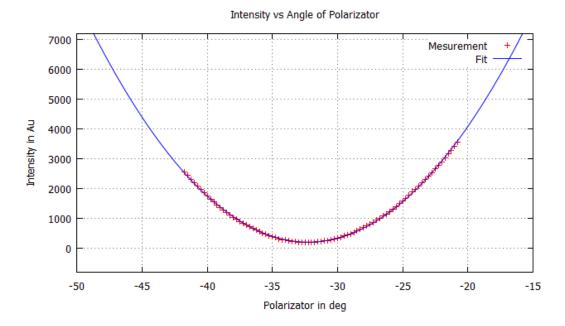


Abbildung 5.11: Plot von Polarisatorwinkel gegen die Intensität mit Parabelfit. Aufgetragen ist die Intensität in Au gegen den Winkel des Polarisators in deg. Die Daten wurden mit einer Parabel angefittet. Als Minimum wurde ein Winkel von  $-32,33^{\circ} \pm 0,01^{\circ}$  bestimmt. Das  $\chi^{2}_{red}$  des Fits beträgt 1,78 und der Fehler für den Winkel ergibt sich aus dem Fit.

### 5.4 Einflüsse von Restgas

Um den Einfluss von Restgas auf die Messung zu untersuchen, wurde eine Messung von Krypton auf HOPG bei normalen Vakuumbedingungen und eine Messung mit einem Leck in der Vakuumkammer verglichen². Die Restgasspektren, die vor dem Beginn des Gaseinlasses aufgenommen wurden, sind in Abbildung 5.12 zu sehen. Das rote Spektrum zeigt das Restgasspektrum unter normalen Bedingungen, d.h., bei einer dichten Vakuumkammer und einem Druck von  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar in der Kammer. Das blaue Spektrum zeigt das Restgasspektrum der Vakuumkammer mit einem Leck. In dem Spektrum ist zu erkennen, dass der Anteil von Wasser  $H_2O$  (Massenzahl 18) und Stickstoff  $N_2$  (Massenzahl 28) deutlich angestiegen ist. Die genaue Veränderung ist in Tabelle 5.5 dargestellt. Mit den Angaben der prozentualen Anteile der verschiedenen Stoffe aus Tabelle 5.5 lässt sich die Verunreinigung durch das Leck bestimmen. Da der prozentuale Anteil von Stickstoff von 8% auf 18% angestiegen ist, aber der prozentuale Anteil von Sau-

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup>Für die Messung mit dem Leck in der Vakuumkammer wurde eine spätere Messung mit neu justierter Optischenbank und frisch abgezogenem Substrat verwendet. Nach dem Umbau wurde festgestellt, dass sich ein Leck in der Vakuumkammer befindet und die aufgenommenen Werte aus diesem Grund von den erwarteten Werten abweichen.

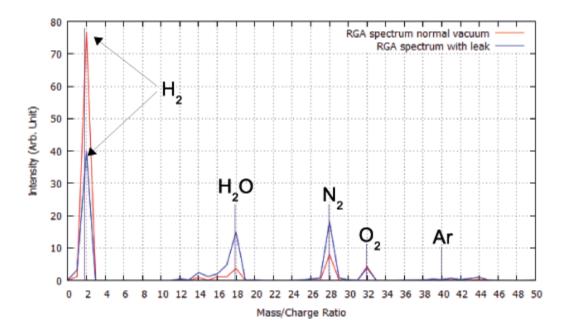


Abbildung 5.12: **Restgasspektrum der CKrS**. Das rote Spektrum zeigt das Restgasspektrum der CKrS bei normalen Bedingungen und das blaue Spektrum zeigt das Restgasspektrum der CKrS mit einem Leck. Das Leck kann durch den Anstieg des Stickstoff(28)-Sauerstoff (32)-Verhältnis von 2:1 auf 4:1 als Luft identifiziert werden. Durch den Peakanstieg von Wasser (18) ohne einen Anstieg von Argon (40) kann zusätzlich eine Verunreinigung von Wasser nachgewiesen werden.

erstoff unverändert bleibt, ist das Verhältnis von Stickstoff zu Sauerstoff von 2:1 auf 4:1 angestiegen. Dieses Verhalten erwartet man genau dann, wenn Luft in die Kammer eindringt [Inf07]. Das zweite Indiz für ein Leck ist der signifikante Anstieg von Wasser von 4% auf 15% ohne einem gleichzeitigen Anstieg von Argon. Somit kann eindeutig von einem Leck in der Vakuumkammer und nicht von einer anderweitig verursachten Verschmutzung ausgegangen werden.

Die Messungen von Krypton auf HOPG bei normalen Bedingungen und bei einem Leck in der Vakuumkammer sind in Abbildung 5.13 dargestellt. Für die beiden Messungen ist anzufügen, dass die Messung bei normalen Bedingungen über einen Zeitraum von 24 h aufgenommen wurde. Die Messung mit dem Leck in der Vakuumkammer wurde, wegen einer Veränderung in der Scan-Methode (kleine Schrittweite) über einen Zeitraum von 3 Tagen aufgenommen, so dass sich der Einfluss des Restgases wegen der längeren Messzeit noch verstärkt.

Es ist eindeutig zu erkennen, dass für die Messung mit dem Leck in der Vakuumkammer die Messkurve nach innen spiralisiert. Dies bedeutet, dass der Brechungsindex

Molekül	Massenzahl	normale Bedingungen	mit Leck
		(Anteil in %)	(Anteil in %)
Wasserstoff (H <sub>2</sub> )	2	77	40
Wasser (H <sub>2</sub> O)	18	4	15
Stickstoff (N <sub>2</sub> )	28	8	18
Sauerstoff $(O_2)$	32	4	4
Argon (Ar)	40	$\approx 0,2$	$\approx 0,2$

Tabelle 5.5: Tabelle der häufigsten Bestandteile des Restgasspektrums der CKrS sowie deren Anteil am Gesamtrestgas für normale Bedingungen und für ein Leck in der Vakuumkammer.

Messung	$n_1$	$n_2$	$k_2$	$\chi^2_{red}$
normale Bedingungen	1,285	2,673	-1,010	4,844
mit Leck	1,266	2,664	-0,804	6,110

Tabelle 5.6: Tabelle der bestimmten Fitparameter für die Messungen zur Untersuchung des Einflusses von Restgas auf die Messergebnisse.  $n_1$  ist der Brechungsindex von Krypton und  $N_2 = n_2 + ik_2$  der Real- und Imaginärteil des Brechungsindex von HOPG. Es ist eine Änderung im Brechungsindex von Krypton zu erkennen, der durch den höheren Restgasanteil sowie der längeren Messzeit verursacht wurde. Die Änderung der Werte für HOPG ist auf die Korrelation der Parameter zurückzuführen.

des Films mit zunehmender Dicke abnimmt. Dies ist mit der Verunreinigung des Kryptonfilms mit dem Restgas zu erklären, da ein Einspiralisieren über die Fitparameter nur durch die Verstärkung der Lichtintensität des einstrahlenden Lasers erklärt werden kann. Dies geschieht aber nur bei optisch aktiven Medien, die hier nicht vorliegen. In Tabelle 5.6 sind die bestimmten Fitparameter für beide Messungen angegeben. Die Veränderung in dem Brechungsindex von HOPG kann mit der Korrelation der Fitparameter erklärt werden (vgl. Kapitel 5.2).

Durch die aufgenommenen Messungen wird klar, dass insbesondere bei der Veränderung der Messzeit (von 2 h auf 3 Tagen) es dringend notwendig ist, dass das Restgasspektrum beobachtet und analysiert wird. Insgesamt lässt sich festhalten, dass ein sehr gutes Vakuum notwendig ist, um verlässliche Parameter mit der Ellipsometrie zu bestimmen. Andererseits konnte aber auch gezeigt werden, dass das für diese Messungen verwendete Ellipsometriesetup sehr sensibel auf Veränderungen im Film reagiert.

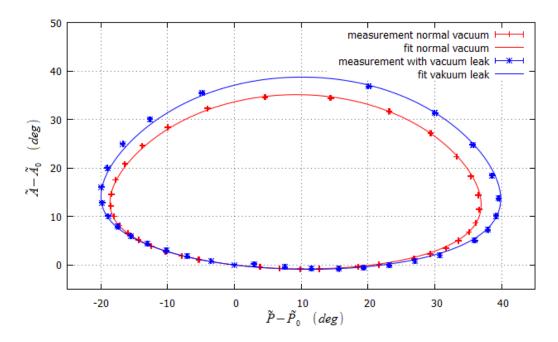


Abbildung 5.13: Messungen bei normalen Bedingungen und mit Leck in der Vakuumkammer. Die rote Messung zeigt die Messung bei normalen Vakuumbedingungen und die blaue Messung die Messung mit dem Leck in der Vakuumkammer. Es ist zu erkennen, dass die Messung mit dem Leck in der Vakuumkammer am Ende nach innen spiralisiert und auch sonst stark von der anderen Messung abweicht, dies liegt aber vorwiegend an dem veränderten Einfallswinkel (von 59,81° auf 61,19°) zwischen den Messungen. Der Einfallswinkel wurde verändert, weil zwischen den Messreihen die optische Bank neu justiert wurde.

### 5.5 Reinigung des Substrats

In diesem Kapitel sollen zwei unterschiedliche Reinigungsmethoden zum Entfernen des aufgefrorenen Films untersucht und verglichen werden. Die beiden Methoden sind:

#### 1. Heizen

Bei dieser Reinigungsmethode wird das komplette Substrat und der Substrathalter für eine Zeit von 60 min auf eine Temperatur von 400 K geheizt. Durch die zugeführte Wärme verdampft das aufgefrorene Gas und kann mit den TMP abgepumpt werden.

#### 2. Heizen und Ablation

Bei dieser Reinigungsmethode wird das Substrat wie bei der Methode Heizen ge-

heizt. Zusätzlich wird nach der Heizzeit das Substrat ablatiert. Die Ablation erfolgt mit einer Leistung pro Fläche von  $180~\text{mW/cm}^2$  für eine Zeit von 2~min. Der Ablationslaser wird dabei mit einer Rate von 10~Pulsen pro Sekunde und einer Pulslänge von 5~ns betrieben. Die Energie pro Puls beträgt 200~mJ.

In Abbildung 5.14 sind jeweils eine Messung aus den Datenreihen "Heizen" und "Heizen und Ablation" zusammen geplotet worden.

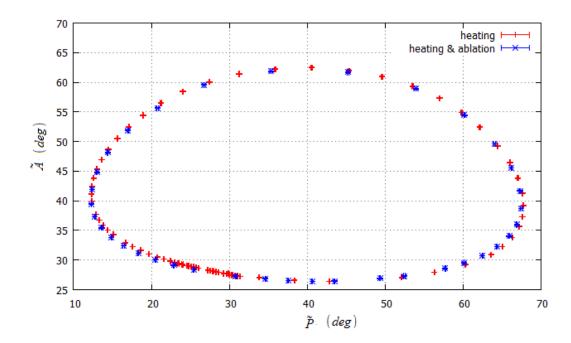


Abbildung 5.14: Vergleich der Reinigungsmethoden Heizen und Heizen und Ablation. Die roten Datenpunkte zeigen die Messung bei der zur Vorbereitung des Substrats nur geheizt und die blauen Datenpunkte zeigen die Messung bei der zur Vorbereitung geheizt und ablatiert wurde. Es ist zu erkennen, dass die beiden Messungen im Rahmen der Fehler nahezu deckungsgleich sind.

Es ist zu erkennen, dass im Rahmen der Fehler die beiden Messungen nahezu deckungsgleich sind. Dies legt die Vermutung nahe, dass beide Reinigungsmethoden für die Präparation der Messung gleich sind. Vergleicht man aber nun den kompletten Datensatz einer Messreihe miteinander, dies ist für die Messreihe "Heizen" in Abbildung 5.15 und für die Messreihe "Heizen und Ablation" in Abbildung 5.16 gezeigt, wird deutlich, dass für die Messreihe "Heizen" die Datenpunkte im Bereich  $-18^{\circ}$  im Polarisator mit jeder Messung

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup>Heizen bedeutet, dass für diese Messung zur Vorbereitung das Substrat ausschließlich geheizt wurde.
<sup>4</sup>Heizen und Ablation bedeutet, dass für diese Messung zur Vorbereitung das Substrat erst geheizt und dann ablatiert wurde.

zu kleineren Polarisatorwerten driften. Eine Ausnahme dabei bildet die Messung "heating 4". Dies ist damit zu erklären, dass vor der Messung "heating 4" das Substrat bereits einmal ablatiert wurde und die Messung "heating & ablation 1" aufgenommen wurde. Zur Vorbereitung der Messung "heating 4" wurde dann das Substrat aber wie bei den anderen Messungen aus dieser Reihe nur geheizt. Dies und die Tatsache, dass bei der Datenreihe "Heizen und Ablation" das Driften der Datenpunkte nicht beobachtet werden konnte, zeigt, dass durch die Ablation Bindungen an der HOPG-Oberfläche gelöst werden, die nur durch das Heizen des Substrats nicht gelöst werden können.

Für die Langzeitstabilität und die Reproduzierbarkeit der Messungen ist es daher notwendig, die Reinigungsmethode "Heizen und Ablation" als Standardreinigungsmethode zu verwenden.

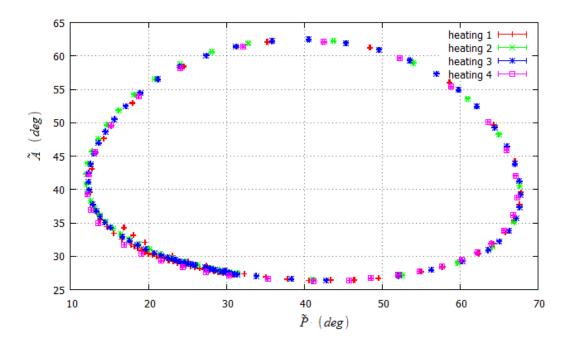


Abbildung 5.15: Vergleich der Einzelmessungen der "Heizen" Datenreihe. Die Nummerierung der Messungen ist chronologisch, d.h., die Messung "heating 1" war die erste Messung und "heating 4" die letzte Messung der Messreihe. Zusätzlich ist anzumerken, dass vor der Messung "heating 4" das Substrat bereits einmal ablatiert wurde (nähere Informationen dazu sind dem Text zu entnehmen). Es ist zu erkennen, dass die Messungen im Bereich –18° für den Polarisator mit ansteigender Nummerierung zu kleineren Polarisatorwerten driften. Die vierte Messung folgt nicht diesem Trend und liegt wieder bei höheren Polarisatorwerten.

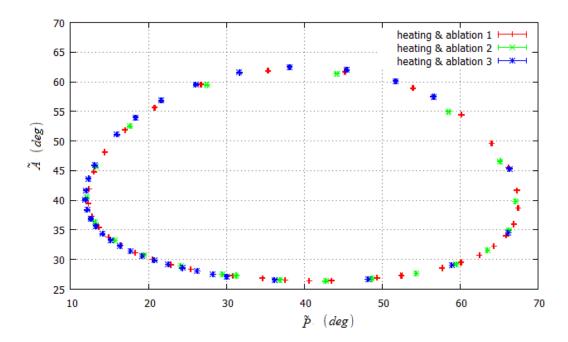


Abbildung 5.16: Vergleich der Einzelmessungen der "Heizen und Ablation" Datenreihe. Die Nummerierung der Messungen ist chronologisch, d.h., die Messung "heating & ablation 1" war die erste Messung und "heating & ablation 3" die letzte Messung der Messreihe. Bei der Betrachtung des Bereichs —18° für den Polarisator ist zu erkennen, dass hier die Messungen nicht chronologisch zu niedrigeren Polarisatorwerten driften. Damit kann gezeigt werden, dass die Ablation das Substrat stärker reinigt als es das reine Heizen kann.

## 5.6 Ergebnisse

Mit den in Kapitel 5.3 bestimmten Offsets und Verkippungen kann nun eine resultierende Korrektur bestimmt werden. Diese finale Korrektur setzt sich für die einzelnen Komponenten wie folgt zusammen.

• für den Polarisator:

$$P_{Korr} = \Delta P_2 + \gamma_{PP} = 4,24^{\circ} - \arctan\left(\frac{\tan(3,4^{\circ})}{\sin(59,81^{\circ})}\right) = 4,2^{\circ} - 3,93^{\circ} = 0,31^{\circ}$$
(5.23)

• für den Kompensator:

$$C_{Korr} = \Delta C + \gamma_{PP} = 4, 1^{\circ} - 3,93^{\circ} = 0,17^{\circ}$$
 (5.24)

• für den Analysator:

$$A = A_{Mess} + \gamma_{AP} = 28,00^{\circ} - \arctan\left(\frac{\tan(3,4^{\circ})}{\sin(59,81^{\circ})} \cdot \cos(2 \cdot 59,81)\right)$$

$$\implies A = 28,00^{\circ} + 3,40^{\circ} = 31,40^{\circ}$$
(5.25)

In der Abbildung 5.17 ist eine Messung aus der "Heizen und Ablation" Messreihe einmal mit und einmal ohne die bestimmten Korrekturen gezeigt. In der Abbildung ist zu erkennen, dass die Messkurve mit Korrekturen runder verläuft. Dies wird besonders im oberen linken Viertel der Messkurve deutlich. Die Messkurve ohne Korrekturen wirkt in diesem Bereich als würde sie "eingedrückt". Weitergehend wurde die leichte Verkippung der Messkurve nahezu aufgehoben, d.h., die Messkurve mit Korrekturen verläuft symmetrischer als die Messkurve ohne Korrekturen. Besonders deutlich wird die Verbesserung der Form der Messkurve, wenn man die bestimmten Parameter insbesondere das  $\chi^2_{red}$  der Fits betrachtet (vgl. Tabelle 5.7).

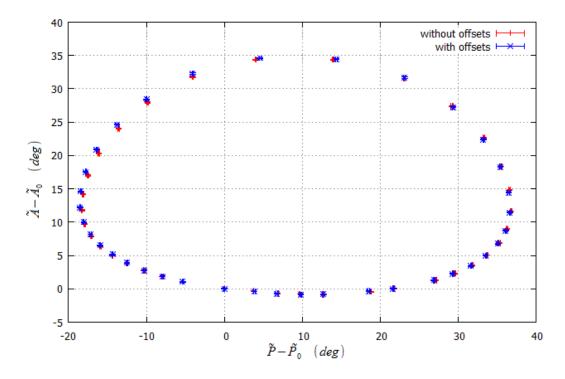


Abbildung 5.17: Vergleich der Messungen mit und ohne Korrekturen. Die roten Datenpunkte zeigen die Messungen ohne die bestimmten Korrekturen und die blauen Datenpunkte die gleiche Messung mit den bestimmten Korrekturen. Der Verlauf der blauen Kurve ist runder und die leichte Verkippung der roten Messkurve ist nahezu aufgehoben.

Messung	$n_1$	$n_2$	$k_2$	$\chi^2_{red}$
ohne Korrekturen	1,301	2,664	-1,117	8,850
mit Korrekturen	1,287	2,680	-1,018	7,111

Tabelle 5.7: Tabelle der bestimmten Fitparameter für die Messungen mit und ohne Korrekturen. An dem  $\chi^2_{red}$  ist zu erkennen, dass die Messkurve mit den Korrekturen genauer angefittet werden kann und somit der Fit die Datenpunkte besser beschreibt.

Bei der Untersuchung der verschiedenen Reinigungsmethoden in Kapitel 5.5 hat sich gezeigt, dass die Reinigungsmethode "Heizen und Ablation" die besten Ergebnisse liefert. Daher soll an dieser Stelle die Messreihe "Heizen und Ablation" mit den bestimmten Korrekturen ausgewertet werden und mit der Ausgangssituation aus Kapitel 5.1 verglichen werden. Exemplarisch ist in Abbildung 5.18 die Messung "heating & ablation 1" mit dem bestimmten Fit an die Datenpunkte gezeigt. Die anderen Messungen und deren Fits aus der Messreihe "Heizen und Ablation" sind aus Gründen der Übersichtlichkeit im Anhang zu dieser Arbeit zu finden. Die bestimmten Parameter sowie die  $\chi^2_{red}$  der einzelnen Fits sind in der Tabelle 5.8 zusammengefasst.

Messung	$n_1$	$n_2$	$k_2$	$\chi^2_{red}$
heating & ablation 1	$(1,287\pm0,005)$	$(2,680 \pm 0,019)$	$(-1,018 \pm 0,035)$	7,11
heating & ablation 2	$(1,286 \pm 0,011)$	$(2,564\pm0,026)$	$(-1,115\pm0,070)$	13,57
heating & ablation 3	$(1,272\pm0,004)$	$(2,573\pm0,018)$	$(-0,925\pm0,040)$	4,87

Tabelle 5.8: Tabelle der bestimmten Fitparameter für die Messungen aus der Messreihe "Heizen und Ablation". Der Einfallswinkel wurde für den Fit auf dem bestimmten Wert von 59,81° festgesetzt. Die Fehler sind die statistischen Fehler des Fits multipliziert mit  $\sqrt{\chi^2_{red}}$ .

Vergleicht man nun die Ergebnisse nach den Korrekturen mit der Ausgangssituation, wird deutlich, dass die Scan-Methode, die neue Ausrichtung der optischen Komponenten, die Offsetkorrektur der optischen Komponenten und die neue Reinigungsmethode des Substrats eine deutliche Verbesserung der Ergebnisse gebracht haben. In Abbildung 5.19 sind beide Messungen mit den dazugehörigen Fits gezeigt. Es fällt sofort auf, dass die neue Messung von den Winkelbereichen deutlich kleiner ist. Dies liegt vorwiegend an der Änderung des Einfallswinkels von 61,65° (Stand vor der Arbeit), der nur durch den Fit bestimmt wurde, auf die gemessenen 59,81° für die "Heizen und Ablations" Messreihe. Ein weiterer Grund für die Verkleinerung des Winkelbereichs ist in der Änderung des Brechungsindex für Krypton zu finden. Der bestimmte Brechungsindex von Krypton hat sich von  $n_1 = 1,420$  in der Ausgangssituation auf  $n_1 = 1,287$  geändert und deckt sich nun deutlich besser mit dem Literaturwert von 1,28 [Kru59]. Auch der Vergleich der anderen bestimmten Parameter deckt sich nun besser mit der Literatur (vgl. Tabelle

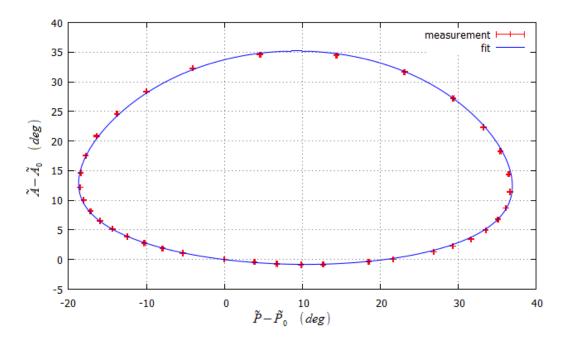


Abbildung 5.18: **Datenpunkte und Fit der Messung "heating & ablation 1"**. Die roten Punkte sind die Datenpunkte der Messung "heating & ablation 1" und die blaue Kurve ist der bestimmte Fit an die Datenpunkte. Die bestimmten Parameter sind  $n_1 = 1,287$  und  $N_2 = n_2 + ik_2 = 2,680 - 1,018i$ . Das  $\chi^2_{red}$  des Fits beträgt 7,11.

5.9). Lediglich der  $k_2$  Wert bei der "heating & ablation 1" weicht von der Literatur ab. Dieser Wert ist aber der am schwierigsten zu bestimmende Wert, da durch die zunehmende Dicke des Films das Substrat abgeschirmt wird. Vergleicht man die  $\chi^2_{red}$  der Messungen, wird deutlich, dass nun der Fit die Messung deutlich besser beschreibt und somit auch die bestimmten Parameter eine höhere Aussagekraft besitzen als es bei der Ausgangssituation der Fall ist.

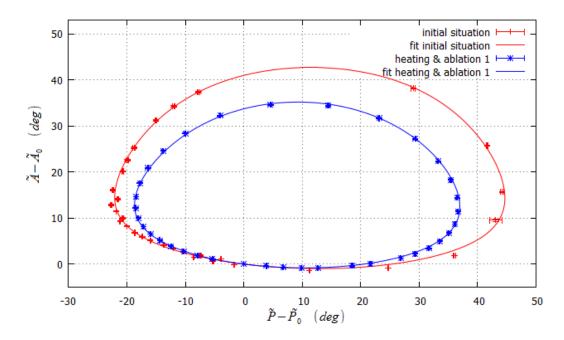


Abbildung 5.19: Datenpunkte und Fit der Messung "heating & ablation 1" und der Ausgangssituation. Die blauen Punkte sind die Datenpunkte der Messung "heating & ablation 1" und die blaue Kurve ist der bestimmte Fit an die Datenpunkte. Die roten Punkte und Kurve zeigen die Datenpunkte und den Fit der Ausgangssituation. Die bestimmten Fitparameter sind der Tabelle 5.9 zu entnehmen. Es ist zu erkennen, dass die blaue Kurve deutlich kleiner und symmetrischer verläuft als die rote Kurve.

Messung	$\alpha(^{\circ})$	$n_1$	$n_2$	$k_2$	$\chi^2_{red}$
Ausgangssituation	61,65	1,420	2,939	-1,597	96,73
heating & ablation 1	59,81	1,287	2,680	-1,018	7,11
Literatur		1,28	2,15 - 2,73	-1,401,94	

Tabelle 5.9: Tabelle der bestimmten Fitparameter für die Messungen der Ausgangssituation und "heating & ablation 1". Die Literaturwerte für  $n_1$  stammen aus [Kru59] und die Werte für  $N_2 = n_2 + ik_2$  aus [Gre69] [Jel07], [Taf65], [Ber70] und [Erg67]. Man kann erkennen, dass die Messung "heating & ablation 1" in dem Bereich der Literaturwerte liegt. Lediglich der  $k_2$  Wert weicht von der Litertur ab. Die  $\chi^2_{red}$  der Fits zeigen, dass nun der Fit die Messung deutlich besser beschreibt.

# 6 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit konnte gezeigt werden, dass ein PCSA-Ellipsometrieaufbau mit festem Analysator und rotierbarem Kompensator vergleichbare Werte, wie ein PCSA-Ellipsometrieaufbau mit festem Kompensator und rotierbarem Analysator, liefert. Es konnte weitergehend gezeigt werden, dass eine solche Ellipsometrieanordnung die Sauberkeit des Substrates überwachen kann. Die Überwachung ist so empfendlich, dass bereits Änderungen im Å bis Sub-Å Bereich festgestellt werden können.

Es konnten verschiedene Fehlerquellen in dem vorangegangenen Aufbau identifiziert und korrigiert werden. Dies hat zu einer deutlichen Verbesserung der Ergebnisse geführt. Im Einzelnen wurde der Einfluss von Restgas auf die Messungen und tatsächliche Stellung der optischen Komponenten untersucht. Diese Untersuchungen werden bei der Konstruktion der neuen CKrS in vertikaler Ausrichtung von Nutzen sein, um Verkippungen und Verdrehungen der Substratebene ausgleichen zu können, falls es nicht möglich ist, diese ganz zu vermeiden.

Es konnte eine Verbesserung der Reinigungsmethode erzielt werden, welche nun als Standardreinigungsmethode empfohlen wird. Diese Reinigungsmethode ist eine Kombination aus Heizen des Substrats und gleichmäßiger Ablation bei weiterhin aufgeheiztem Substrat.

Außerdem wurde ein Programm geschrieben, mit dem es möglich ist, aus dem Startwinkel direkt die optischen Parameter des Substrats zu bestimmen. Dies kann für die spätere Überwachung der Reinheit des Substrats nützlich sein. Weitergehend konnten mit Hilfe dieses Programms die Korrelation der Parameter untersucht und der unterschiedlich starke Einfluss von Analysator, Polarisator und Kompensator bestimmt werden. Dies ermöglicht eine Aussage über die Sensibilität der Ellipsometriemethoden. Durch diese Aussage war es ebenfalls möglich zu erklären, warum für die PSCA-Ellipsometrie mit festem Analysator die bisherige Minimabestimmung nicht mehr ausreichend war und eine sensiblere Datenanalyse notwendig ist.

Mit der Erkenntnis über die Auswirkungen von Restgas und der Sensibilität der Datenerfassung konnte in einer weiteren Messreihe, die nicht Teil dieser Diplomarbeit ist, da die Messergebnisse durch ein Leck in der Vakuumkammer beeinflusst wurden, die Reproduzierbarkeit der Messungen nochmals verbessert werden. Diese Messreihe ist in Abbildung 6.1 dargestellt und dient lediglich der Verdeutlichung der Reproduzierbarkeit, da durch die Verunreinigung die Absolutwerte beineflusst wurden. Die Verunreinigung besteht vorwiegend aus Wasser, das durch das Leck in der Vakuumkammer in die Apparatur eingedrungen ist (vgl. Abbildung 5.12). Diese Messreihe wird mit "HAN" für "Heizen und Ablation neu" bezeichnet. In der Messreihe ist ein Drift der Messwerte von einer zur nächsten Messung nicht erkennbar, was bedeutet, dass die Reinigungsmethode die Stabilität und die Reproduzierbarkeit des Messverfahrens verbessert hat. Somit erfüllt die Nullellipsometrie mit festem Analysatorwinkel die Voraussetzung zur Überwachung der Substratsauberkeit.

Weitergehende Tests der Ellipsometrie sind nicht geplant, so dass dieser Aufbau an dem späteren Aufbau der CKrS für das KATRIN-Experiment benutzt werden kann.

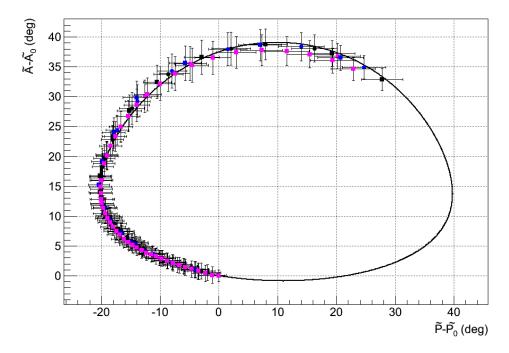


Abbildung 6.1: Datenpunkte und Fit der Messreihe "HAN". Gezeigt sind die Messungen HAN1-HAN6 sowie eine resultierender Fit über alle Messungen. Die bestimmten Parameter sind  $n_1 = 1,272$  und  $N_2 = n_2 + ik_2 = 2,698 - 0,813i$ . Das  $\chi^2$  des Fits beträgt 17,05. Die Fehler der Messwerte sind zur besseren Veranschaulichung mit einem Faktor von 20 multipliziert worden. Die restlichen Datenpunkte (mit einer Schichtdicke von mehr als 1400 Å wurden ausgelassen, da durch das Leck in der Vakuumkammer ab diesem Punkt die Datenpunkten sehr stark in das Zentrum spiralisieren und den Fit verfälschen würden. Die Abbildung ist aus [Bau12] entnommen.

## 7 Anhang

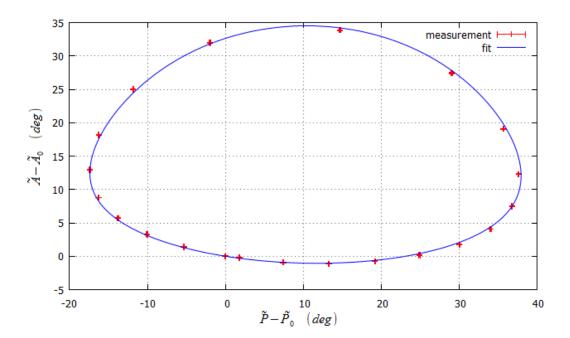


Abbildung 7.1: Datenpunkte und Fit der Messung "heating & ablation 2". Die roten Punkte sind die Datenpunkte der Messung "heating & ablation 2" und die blaue Kurve ist der bestimmte Fit an die Datenpunkte. Die bestimmten Parameter sind  $n_1=1,286$  und  $N_2=n_2+ik_2=2,564-1,115i$ . Das  $\chi^2_{red}$  des Fits beträgt 13,57.

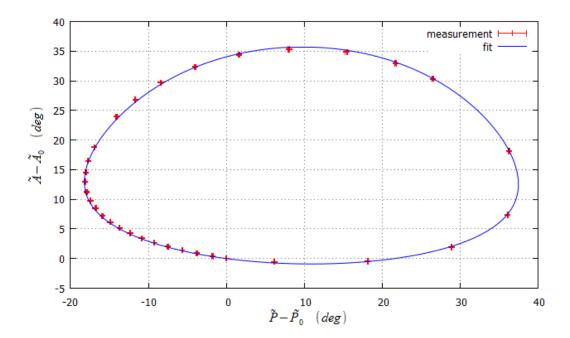
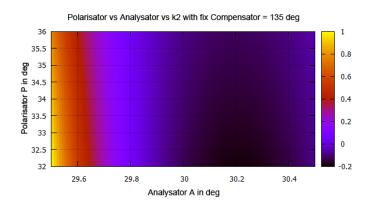


Abbildung 7.2: Datenpunkte und Fit der Messung "heating & ablation 3". Die roten Punkte sind die Datenpunkte der Messung "heating & ablation 3" und die blaue Kurve ist der bestimmte Fit an die Datenpunkte. Die bestimmten Parameter sind  $n_1=1,272$  und  $N_2=n_2+ik_2=2,573-0,925i$ . Das  $\chi^2_{red}$  des Fits beträgt 4,87.

7 Anhang 103



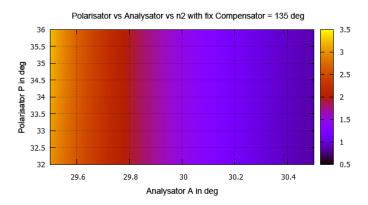
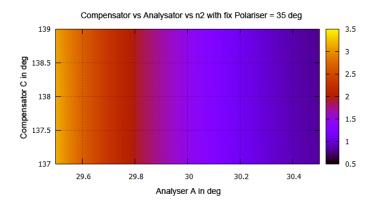


Abbildung 7.3: Veränderung des Brechungsindex in der PA-Ebene. Es ist zu erkennen, dass für  $n_2$  mit steigendem P der Wert größer wird und mit steigendem A erst kleiner und dann wieder größer wird. Der  $k_2$  Wert steigt und sinkt (um das Minimum) mit dem A Wert und der P Wert scheint kaum einen Einfluss zu haben. In beiden Fällen sieht man deutlich, dass der Analysator im Vergleich zum Polarisator dominierend ist. Es ist ebenfalls zu erkennen, dass die angenommenen Werte für den Analysator periodisch sind.



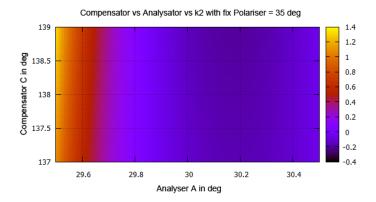


Abbildung 7.4: Veränderung des Brechungsindex in der CA-Ebene. Analog zu dem Graphen in der PA-Ebene ist zu erkennen, dass mit steigendem A Wert die Werte für  $n_2$  und  $k_2$  abnehmen. Der Kompensator scheint nur eine untergeordnete Rolle zu spielen.

## Literaturverzeichnis

- [Ahm01] Q. R. Ahmad et al.: Phys. Rev. Lett. 87, 071301, 2001.
- [Ahm02] Q. R. Ahmad et al.: Phys. Rev. Lett. 89, 011301, 2002.
- [Alt03] C. Weinheimer: Laboratory Limits on Neutrino Masses, in: G. Altarelli and K. Winder (Eds.), Neutrino Mass, Springer, 2003.
- [Ang04] J. Angrik et al.: KATRIN Design Report 2004, FZKA Scientific Report 7090, 2004.
- [Ash04] Y. Ashie et al.: Super-Kamiokande Collaboration, hep-ex/0404034, 2004.
- [Azz77] R. M. A. AZZAM, N. M. BASHARA: Ellipsometry and Polarized Light, North Holland, 1977.
- [Bah95] J. N. BAHCALL, M. H. PINSONNEAULT: Rev. of Modern Physics Vol. 67, No. 4, 1995.
- [Bau12] St. Bauer, B. Grees et al.: Ellipsometry with polarisation analysis at cryogenic temperatures inside a vacuum chamber, voraus. 2013.
- [Bau13] St. Bauer: PhD thesis, IKP Münster, WWU Münster, voraus. 2013.
- [Ber70] M. BERMAN, H. KERCHNER, S. ERGUN: J. Opt. Soc. Am., 60, 646 648, 1970.
- [Bot12] R. Bottesch: Diploma thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2012.
- [Cha14] J. CHADWICK: Verh. d. Deutsch. Phys. Ges. 16, 383, 1914.
- [Cha32] J. CHADWICK: Nature 129, 312, 1932.
- [Dav94] R. DAVIS: Prog. Part. Nucl. Phys. Vol. 32, 13-32 1994.
- [Dav96] R. Davis: Nucl. Phys. B (Proc. Suppl.) 48, 284-298, 1996.
- [Don08] DONUT COLLABORATION: Phy. Rev. D 78, 052002, 2008.
- [Dun08] J.A. Dunmore, M.L. Leber and the KATRIN collaboration: *J. Phys. Conf. Ser.* 136 042056 2008.

- [Erg67] S. Ergun: Nature, 213, 135 136, 1967.
- [Fer34] E. FERMI: Z. Phys. 88, 161 177, 1934.
- [Gil11] W. GIL: Calculations on the magnetic fields for the cryogenic section of KA-TRIN (not released) 2011.
- [Gre69] D. L. GREENWAY, G. HARBEKE: Phys. Rev. 178 No 3, 1969.
- [Gro11] S. GROHMANN, T. BODE, H. SCHÖN AND M. SÜSSER: *Cryogenics*, 51 8, 438 445, 2011.
- [Ham94] W. HAMPEL AND D. W. SCIAMA: Phil. Trans. R. Soc. Lond. A January 15, 346 1678 3-13 1994.
- [Hil12] B. HILLEN: PhD Thesis, IKP Münster, WWU Münster 2012.
- [Hug08] K. Bokeloh (geb. Hugenberg): Diploma Thesis, IKP Münster, WWU Münster 2008.
- [Inf07] INFICON: Residual Gas Analyzers for Leak Detection, http://www.inficon.com/download/en/rgas\_leakdetection.pdf, 2007.
- [Jac02] J. D. Jackson: Klassische Elektrodynamik, De Gruyter, 2002.
- [Jel07] G. E. Jellison, Jr., J. D. Hunn, H. N. Lee: *Phys. Rev. B76*, 085125, 2007.
- [KAT04] THE KATRIN COLLABORATION: KATRIN Design Report 2004, FZKA Scientific Report 7090, 2004.
- [Kos98] Y. Koshio: *PhD thesis*, 1998.
- [Kru59] J. Kruger, W. Ambs: J. Opt. Soc. Am., 49, 1195 1198 1959.
- [Kru83] P. Kruit, F. H. Read: J. Phys. E16, 313, 1983.
- [Nag06] Sz. Nagy et al.: Europhys. Lett. 74, 404 2006.
- [Mur11] M. Murra: Bachelor Thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2011.
- [Nudat2] DATENBANK: National Nuclear Data Center and Brookhaven National Laboratory, http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/.
- [Ost08] B. OSTRICK: PhD thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2008.
- [Ott08] E. W. Otten, C. Weinheimer: Rep. Prog. Phys 71, 086201, 36, 2008.

- [Pau30] W. Pauli: Collected Scientific Papers Eds. Kronig & Weisskopf, Vol 2, 1316 1317, 1930.
- [Pic92] A. PICARD ET AL.: Z. Phys. A342, 71-78 1992.
- [PIM60] PHYSIK INSTRUMENTE: M-060 Series Rotation Stages, http://www.physikinstrumente.com/en/pdf/M060\_Datasheet.pdf, 2009.
- [Pra12] M. Prall: PhD Thesis, IKP Münster, WWU Münster 2012.
- [Qua08] QUANTEL BRILLIANT LASER: Data Sheet, http://www.quantel. fr/industrial-scientific-lasers/media/produit/fichier/53\_ BrilliantVA0608.pdf, 2008.
- [Rei92] D. H. REITZE: Phys. Rev. B45, 2677 2693 1992.
- [Rei96] F. REINES: Rev. of Modern Physics Vol. 68, No. 2, 317 327, 1996.
- [Res11] O. Rest: Bachelor Thesis, IKP Münster, WWU Münster 2011.
- [Rob88] R. G. H. ROBERTSON, D. A. KNAPP: Annual Rev. of Nucl. and Part. Science, Vol. 38, 185 215 1988.
- [Sal08] B. E. A. Saleh, M. C. Teich: Grundlagen der Photonik, Wiley VCH, 2008.
- [Sch11] T. Schäfer: Diploma thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2011.
- [Sch97] N. Schmitz: Neutrinophysik, Teubner Verlag, 1997.
- [Sin80] A. C. Sinnock: J. Phys. C: Solid St. Phys., Vol. 13, 2375-2391 1980.
- [SK04] M. ISHITSUKA, FOR THE SUPER-KAMIOKANDE COLLABORATION: Proceedings for the XX-XIXth Rencontres de Moriond on Electroweak Interactions, 2004.
- [Smo08] J. Smollich: Diploma thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2008.
- [SPI] SPI: Data Sheet, http://www.2spi.com/catalog/new/hopgsub.php, 2012.
- [Spi11] D. SPITZER: Diploma thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2011.
- [Ste07] M. STEIDL: Specifications KATRIN focal plane detector (BSCW), 2007.
- [Taf65] E. A. TAFT, H. R. PHILIPP: Phys. Rev., 138A, 197-202, 1965.
- [Val09] K. Valerius: PhD Thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2009.

- [Vol89] U. G. VOLKMANN, K. KNORR: Surface Science, 221, 379-393, 1989.
- [Weg10] A. WEGMANN: Diploma thesis, IKP Münster, WWU Münster, 2010.
- [Zub04] K. Zuber: Institute of Phy. Pub. Bristol and Philadelphia, 2004.